



Proposta de metodologias de avaliação de parâmetros associados ao desempenho de rolhas em garrafa

ANA ISABEL FERREIRA CAMPOS

Julho de 2022

Proposta de metodologias de avaliação de parâmetros associados ao desempenho de rolhas em garrafa

Ana Isabel Ferreira Campos

Dissertação Submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em
Engenharia Química, área de especialização Tecnologias de Proteção Ambiental

Orientação:

Ana Cristina Cardoso – Cork Supply Portugal, SA

Sofia Almeida – Cork Supply Portugal, SA

Valentina F. Domingues – Instituto Superior de Engenharia do Porto

julho 2022

Agradecimentos

Uma caminhada como a realização de uma dissertação e, principalmente, de uma licenciatura seguida de um mestrado, exige muito de nós. Mas é também dos pilares que temos connosco que se faz o sucesso, e esses são, sem dúvida, as pessoas.

Recebi tantos conselhos e apoio durante esta jornada, que é difícil saber por onde começar os meus agradecimentos, pois toda a gente contribuiu de forma inestimável. Não obstante, primeiramente gostaria de agradecer à Ana Cristina Cardoso e Sofia Almeida pela forma como me orientaram ao longo deste processo e pelos seus ensinamentos, acessibilidade, apoio e prontidão, que tão generosamente puseram ao meu serviço o seu tempo e suporte, e por me terem feito sentir à vontade desde o primeiro dia e a toda a equipa da Cork Supply Portugal, por me receberam na empresa e me proporcionaram uma aprendizagem imensa ao longo destes últimos meses.

Os meus agradecimentos e afeto a outra pessoa, sem a qual eu não poderia ter sucesso, professora Valentina Fernandes Domingues, pela forma como nunca deixou de me acompanhar e por todo o apoio, saber científico, motivação, conselhos e paciência. Igualmente à professora Sílvia Spínola, pelo auxílio e amabilidade.

Também a todos os meus amigos, por terem feito esta caminhada comigo, por terem sido sempre uma fonte de motivação, pela companhia e amizade.

Aos meus pais, um agradecimento especial, por me terem proporcionado esta experiência que, ao fim de 5 anos, resulta numa Licenciatura e Mestrado e por, em conjunto com o meu irmão, terem sido um apoio constante e imprescindível a todos os níveis.

Por último, à grande instituição ISEP e tudo e todos que lhe são inerentes, um obrigado sentido pelo trajeto académico que me proporcionaram ao longo destes 5 intensos anos.

Resumo

O presente relatório refere-se à tese realizada para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, área de especialização Tecnologias de Proteção Ambiental, desenvolvida na empresa Cork Supply Portugal, SA, especificamente na unidade de rolhas naturais. O objetivo foi propor o desenvolvimento de novas metodologias de avaliação de parâmetros associados ao desempenho da rolha, nomeadamente a determinação da longevidade de rolhas em garrafa, em dois tipos de rolha produzida pela empresa, natural e microaglomerada, tendo como influência a diferente gama de gargalos existente e o tempo de uso do vedante. Para isso, investigou-se o desenvolvimento de nova metodologia de acompanhamento da recuperação elástica da rolha após extração e ferramenta para a monitorização de perfil de humidade da rolha no gargalo.

O trabalho iniciou-se com testes de viabilidade do uso de ferramentas já existentes. Após ambos os testes terem mostrado serem viáveis para desenvolvimento, realizaram-se os ensaios necessários para obtenção dos métodos. Para validação destes foram realizados ensaios em simultâneo pelos métodos de referência.

Relativamente à nova metodologia de acompanhamento da recuperação elástica da rolha após extração, conseguiu-se chegar à sua implementação onde, através de fotografia à rolha extraída dos 0 aos 15 minutos, e posterior processamento de imagem, se consegue obter os valores dos diâmetros da rolha sendo posteriormente calculado as respetivas recuperações diamétrais ao longo do tempo. O passo final, para se obter uma metodologia digital e automática, será, futuramente, a criação de uma aplicação capaz de realizar todo o processo, desde a captação da fotografia até ao cálculo da recuperação elástica da rolha.

Quanto à ferramenta para a monitorização de perfil de humidade da rolha, percebeu-se que, por meio de termogramas obtidos da rolha extraída através de câmara termográfica, é possível obter o perfil de absorção, observação demonstrada pela equação matemática encontrada entre as temperaturas obtidas pelos termogramas e as respetivas absorções analisadas pelo método de referência. Concluiu-se a necessidade e o interesse na aquisição de uma câmara termográfica pela empresa, de modo a otimizar as condições e criar uma base de dados de perfis de temperatura e de absorção, obtendo uma expressão matemática final que calculará o perfil de absorção em função do perfil de temperatura.

Palavras-chave: Cortiça, Rolha, Gargalo, Perfil de humidade, Recuperação elástica.

Abstract

This report refers to the thesis carried out to obtain the degree of Master's in Chemical Engineering, area of specialization Environmental Protection Technologies, developed in cork supply Portugal, SA, specifically in the unit of natural stoppers. The objective was to propose the development of new methodologies for evaluating parameters associated with the performance of the stopper, namely the determination of the longevity of stoppers in bottle, in two types of stoppers produced by the company, natural and microcluster, having as influence the different range of bottlenecks existing and the time of use of the seal. For this, we investigated the development of a new methodology for monitoring the elastic recovery of the stopper after extraction and tool for monitoring the moisture profile of the stopper in the neck.

The work began with viability tests of the use of existing tools. After both tests were shown to be viable for development, the necessary tests were performed to obtain the methods. For validation of these, tests were performed by the reference methods.

About the new methodology for monitoring the elastic recovery of the stopper after extraction, it was possible to arrive at its implementation where, through a photograph of the stopper extracted from 0 to 15 minutes, and subsequent image processing, the values of the diameters of the stopper can be obtained and the respective diametral recoveries were subsequently calculated over time. The final step, to obtain a digital and automatic methodology, will be, in the future, the creation of an application capable of performing the whole process, from capturing the photograph to calculating the elastic recovery of the stopper.

As for the tool for monitoring the humidity profile of the stopper, it was noticed that, by means of thermograms obtained from the stopper extracted through thermographic chamber, it is possible to obtain the absorption profile, observation shown by the mathematical equation found between the temperatures obtained by the thermograms and the respective absorptions analyzed by the reference method. It was concluded the need and interest in the acquisition of a thermographic camera by the company, to optimize the conditions and create a database of temperature and absorption profiles, obtaining a final mathematical expression that will calculate the absorption profile according to the temperature profile.

Keywords: Cork, Stopper, Bottleneck, Moisture Profile, Elastic Recovery.

Índice geral

1. Introdução	1
1.1. Enquadramento	1
1.2. Apresentação da Cork Supply Portugal, SA	1
1.2.1. Visão da Cork Supply Portugal, SA	2
1.2.2. Produtos CS	3
1.3. Tema e objetivos da dissertação	5
1.4. Organização do relatório	7
2. A Cortiça	8
2.1. Estrutura morfológica e composição da cortiça	9
2.1.1. Morfologia	9
2.1.2. Estrutura macroscópica	9
2.1.3. Estrutura microscópica	10
2.1.4. Composição química	11
2.2. Propriedades da cortiça	12
3. A rolha e sua utilização	15
3.1. Rolha natural e rolha microaglomerada	15
3.2. Função vedante	16
3.2.1. Garrafas	16
3.2.2. O processo de rolhamento	17
3.3. Monitorização	19
3.4. Desempenho da rolha e fatores que o podem influenciar	20
3.4.1. Garrafas e gargalos	20
3.4.2. Estudos sobre a classificação mecânica e recuperação dimensional de rolhas usadas	21
3.4.3. Progressão de vinho pela rolha	25

4.	Procedimento Experimental	29
4.1.	Materiais/equipamentos e métodos	29
4.2.	Determinação da recuperação dimensional da rolha	33
4.2.1.	Método de referência	33
4.2.2.	Estratégia para obtenção de nova metodologia para recuperação dimensional	34
4.3.	Absorção e perfil de humidade da rolha	39
4.3.1.	Método de referência	39
4.3.2.	Estratégia para obtenção de nova metodologia para obtenção de perfil de absorção de vinho	40
5.	Resultados e discussão	45
5.1.	Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha por processamento de imagem	45
	Parte 1 – Análise da viabilidade do método	45
	Parte 2 – Otimização do tempo de medição	46
	Parte 3 – Análise do ângulo de medição da rolha natural	50
	Parte 4 – Validação e implementação do método	51
	Parte 5 – Desenvolvimento de uma aplicação para o <i>smartphone</i>	59
5.2.	Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica	60
	Parte 1 – Análise da viabilidade do método	60
	Parte 2 – Método de referência para obter detalhadamente o perfil de absorção....	61
	Parte 3 – Ensaio para ganho de sensibilidade da câmara termográfica	61
	Parte 4 – Definição dos materiais e variáveis	62
	Parte 5 – Ensaio pelo novo método com gama de temperatura fixa e método de referência	63
6.	Conclusões	69
7.	Propostas futuras	71

7.1. Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha – utilização do <i>software</i> ImageJ	71
7.2. Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica	71
Bibliografia.....	73
Anexos.....	75
Anexo A. Monitorização e especificações da rolha.....	75
Anexo A1. Especificações mecânicas e físicas definidas pela ISO 16420	75
Anexo A2. Determinação da absorção de líquidos segundo a Norma 2803-9.....	77
Anexo A3. Determinação da recuperação dimensional após compressão segundo a ISO 9727-4	77
Anexo B. Procedimentos relacionados com a análise da recuperação dimensional da rolha	78
Anexo B1. Descrição do método de referência para análise da recuperação dimensional.....	78
Anexo B2. Descrição do novo método para análise da recuperação dimensional da rolha.....	79
Anexo C. Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha – utilização de fotografia para análise no <i>software</i> ImageJ.....	83
Anexo C1. Gráficos de comparação da percentagem de recuperação dimensional da rolha em função do tempo, obtida através do método de referência e novo método (leitura de fotografia no ImageJ)	83
Anexo C2. Cálculo da recuperação diametral da rolha nos intervalos de tempo de [0-5], [0-15] e [0-60] min	89
Anexo C3. Estudo estatístico – teste t <i>Student</i> à análise do ângulo de medição da recuperação da rolha natural.....	90
Anexo C4. Descrição da metodologia tendo em vista a aquisição automática da recuperação dimensional	91
Anexo D. Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica	93

Anexo D1. Termogramas e perfis de absorção das rolhas extraídas.....	93
Anexo D2. Gráficos do estudo do comportamento da absorção em função da temperatura	99

Índice de figuras

Figura 1.1 – Gama de rolhas produzidas pela CS (CSP, 2020).....	4
Figura 1.2 – Gama de produtos da CS com garantia de qualidade individual (CSP, 2020).....	4
Figura 2.1– Descortiçamento do sobreiro (UNAC, 2020).....	8
Figura 2.2 – Representação da disposição das células num corte de uma placa de cortiça (Silva, et al., 2005).	10
Figura 2.3 – Esquema da estrutura das células da cortiça (Gil, 2007)	11
Figura 2.4 – Curva tensão-deformação típica da cortiça (Silva, et al., 2005).	13
Figura 3.1 – Imagem de garrafa bordalesa e garrafa borgonhesa (Castelos, 2022).	16
Figura 3.2 – Perfil interno no gargalo, segundo a norma CETIE ((CETIE), 2008).	17
Figura 3.3 – Esquema da rolhadora utilizada na CSP.	18
Figura 3.4 – Representação da variabilidade dos diâmetros de todos os moldes por profundidade.	20
Figura 4.1 – Fluxograma seguido para obtenção do novo método, para a recuperação dimensional da rolha.....	31
Figura 4.2 – Fluxograma seguido para obtenção do novo método, para a absorção do vinho pela rolha.	32
Figura 4.3 – Método de referência para análise das percentagens de recuperação da rolha.	33
Figura 4.4 – Procedimento do novo método de análise da recuperação dimensional da rolha.	34
Figura 4.5 – Fotografia da montagem para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.	35
Figura 4.6 – Demonstração do ângulo de medição de 45° numa rolha natural.	36
Figura 4.7 – Fotografia da montagem para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.	36
Figura 4.8 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.	37
Figura 4.9 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.	38
Figura 4.10 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.	38

Figura 4.11 – Método de referência para análise das percentagens de absorção da rolha.	39
Figura 4.12 – Procedimento do novo método de análise do perfil de absorção da rolha.	40
Figura 4.13 – Câmara FLYR, Série A, modelo 320 (FLIR A 320, 2009).....	40
Figura 4.14 – Orientação da rolha para ensaios e tratamento de resultados.....	42
Figura 4.15 – Instalação montada para obtenção dos ensaios de termografia, no ISEP.	43
Figura 5.1 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método referencia e do método em desenvolvimento.....	45
Figura 5.2 – Gráfico do diâmetro de recuperação em função do tempo, para a rolha natural.	46
Figura 5.3 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 1.	46
Figura 5.4 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 2.	47
Figura 5.5 – Gráfico do diâmetro de recuperação em função do tempo, para a rolha técnica tipo 3.....	47
Figura 5.6 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 4.	47
Figura 5.7 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 5.	48
Figura 5.8 – Gráfico dos diâmetros de recuperação obtidos, em função do tempo, da média das 6 rolhas, obtidos a partir da medição aos 45° e média dos 0° e 90°	50
Figura 5.9 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 0, para os dois métodos.....	51
Figura 5.10 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método referencia e do novo método, da média das 10 rolhas analisadas.	51
Figura 5.11 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do novo método, para a rolha.	52
Figura 5.12 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e novo método, da média de 10 rolhas analisadas.....	53

Figura 5.13 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e pelo novo método, da média das 10 rolhas analisadas.	53
Figura 5.14 – Comparação das resoluções obtidas através de fundo azul, à esquerda, e fundo branco, à direita.	54
Figura 5.15 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, da média das 5 rolhas analisadas do conjunto 1, obtido através do novo método.	54
Figura 5.16 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, da média das 5 rolhas analisadas do conjunto 2, obtido através do novo método.	55
Figura 5.17 – Fotografias captadas de uma das rolhas analisadas, aos 5 minutos, lado esquerdo, e aos 15 minutos, lado direito.	55
Figura 5.18 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método tradicional, aos 0 e 15 minutos, e recorrendo à fotografia, da média das 10 rolhas analisadas.	56
Figura 5.19 – Comparação das resoluções obtidas através de fundo verde, à esquerda, e fundo azul, à direita.	57
Figura 5.20 – Desenho técnico do suporte final para a rolha, à esquerda, e com as medidas, à direita.	58
Figura 5.21 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do novo método, da média das 10 rolhas analisadas.	59
Figura 5.22 – Termograma obtido da leitura de rolha extraída.	60
Figura 5.23 – Absorções obtidas para cada disco cortado da rolha.	61
Figura 5.24 – Termograma e perfil de absorção correspondentes à rolha com menor absorção, lado esquerdo, e à rolha com maior absorção, lado direito.	62
Figura 5.25 – Termograma obtido da rolha extraída.	63
Figura 5.26 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 1.	64
Figura 5.27 – Demonstração da leitura das temperaturas no termograma.	65
Figura 5.28 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 1.	65
Figura 5.29 – Percentagem de absorção em função da temperatura, aplicando a linha de tendência exponencial e polinomial, ao total das 12 rolhas.	66
Figura B.1 – Marcação realizada na rolha para análise da recuperação dimensional. ...	78

Figura B.2 – Demonstração dos ângulos de crescimento da cortiça numa rolha natural.	79
Figura B.3 – Marcação realizada na rolha para análise da recuperação dimensional. ...	80
Figura B.4 – Demonstração dos ângulos de crescimento da cortiça numa rolha natural.	80
Figura B.5 – Demonstração da calibração do programa ImageJ, selecionado a área e mudança de escala de medição.	81
Figura B.6 – Demonstração da calibração do programa ImageJ, aplicação da escala de medição pretendida às análises seguintes.	82
Figura B.7 – Demonstração da obtenção dos valores dos diâmetros.	82
Figura C.1 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 1.	83
Figura C.2 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 2.	83
Figura C.3 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 3.	84
Figura C.4 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 4.	84
Figura C.5 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 5.	84
Figura C.6 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 6.	85
Figura C.7 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 7.	85
Figura C.8 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 8.	85
Figura C.9 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 9.	86
Figura C.10 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 10.	86
Figura C.11 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 11.	86

Figura C.12 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 12.	87
Figura C.13 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 13.	87
Figura C.14 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 14.	87
Figura C.15 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 15.	88
Figura C.16 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 16.	88
Figura C.17 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 17.	88
Figura C.18 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 18.	89
Figura C.19 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 1, para os dois métodos.	90
Figura C.20 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 3, para os dois métodos.	90
Figura C.21 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 5, para os dois métodos.	91
Figura C.22 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 15, para os dois métodos.	91
Figura C.23 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 60, para os dois métodos.	91
Figura C.24 – Demonstração da leitura do diâmetro que a aplicação deve ser capaz de fazer.	92
Figura D.1 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 2.	94
Figura D.2 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 3.	94

Figura D.3 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 4.	95
Figura D.4 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 5.	95
Figura D.5 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 6.	96
Figura D.6 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 7.	96
Figura D.7 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 8.	97
Figura D.8 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 9.	97
Figura D.9 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 10.	98
Figura D.10 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 11.	98
Figura D.11 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 12.	99
Figura D.12 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 2.	99
Figura D.13 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 3.	100
Figura D.14 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 4.	100
Figura D.15 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 5.	101
Figura D.16 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 6.	101
Figura D.17 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 7.	102
Figura D.18 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 8.	102
Figura D.19 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 9.	103
Figura D.20 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 10.	103
Figura D.21 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 11.	104
Figura D.22 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 12.	104

Índice de tabelas

Tabela 1.1 – ODS’s associados à Estratégia dos 3P’s.....	3
Tabela 2.1 – Constituição química da cortiça e as suas funções (Gil, 2007).	12
Tabela 4.1 – Divisão das necessidades para obtenção dos novos métodos a desenvolver.	30
Tabela 4.2 – Características da câmara FLYR A320 (FLIR A 320, 2009).	41
Tabela 5.1 – Recuperação diametral das rolhas natural e técnica, em μm , obtida para o total de 5, 15 e 60 minutos de análise.....	48
Tabela 5.2 – Velocidades de recuperação obtidas para os intervalos [0-5] min, [5-15] min e [15-60] min, para as rolhas técnicas.	49
Tabela 5.3 – Razão entre a recuperação obtida até aos 15 minutos e a recuperação total, para cada rolha.....	49
Tabela 5.4 – Diferença dos diâmetros obtidos através do novo método, subtraindo os diâmetros obtidos a partir do método de referência, para cada etapa.....	58
Tabela A.1 – Valores referentes ao teor de humidade e recuperação dimensional após compressão, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).....	75
Tabela A.2 – Valores nominais e limites de especificação referentes às dimensões, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).	75
Tabela A.3 – Valores limite de especificação superior e inferior relativos à força de extração, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).	75
Tabela A.4 – Valores nominais e limites de especificação referentes à massa e densidade da rolha aglomerada (adaptado da ISO 16420).	76
Tabela A.5 – Valores nominais e limites de especificação referentes à massa da rolha 1+1 (disco/aglomerado/disco) (adaptado da ISO 16420).	76

Lista de abreviaturas e siglas

ISEP – Instituto Superior de Engenharia do Porto

CSP – Cork Supply Portugal

CS – Cork Supply

CSP1 – Cork Supply Portugal, unidade de rolhas naturais

I&D – Investigação & Desenvolvimento

CSP2 – Cork Supply Portugal, unidade de acabamento

CSP3 – Cork Supply Portugal, unidade de preparação

CSP4 – Cork Supply Portugal, unidade de rolhas técnicas

TCA – 2,4,6-Tricloroanisol

ODS – Objetivos de Desenvolvimento Sustentáveis

ONU – Organização das Nações Unidas

3P's – Pessoas e comunidades; Produtos e inovação; e Planeta e operações

FC – Forças máximas de compressão

FR – Força máxima de relaxamento

HR – Humidade relativa

T_g – Temperatura de transição vítrea

$D_{novo\ método}$ – Diâmetro obtido a partir do novo método, em mm

$D_{método\ ref.}$) – Diâmetro obtido a partir do método de referência, em mm

1. Introdução

1.1. Enquadramento

A dissertação ocorreu com o intuito de obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, ramo de Tecnologias de Proteção Ambiental, do Instituto Superior de Engenharia do Porto (ISEP). Decorreu na empresa Cork Supply Portugal, SA, na unidade de rolhas naturais (CSP1), na equipa de Investigação & Desenvolvimento (I&D). O primeiro acompanhamento começou no dia 11 de novembro, com presenças na empresa quando necessário, até ao dia 25 de fevereiro, passando a laborar em horário normal de trabalho a partir do dia 28 de fevereiro, tendo a duração de 4 meses a partir dessa data.

A importância dos sistemas agroflorestais de cortiça reside no facto de serem fonte de uma matéria-prima 100 % natural e renovável, que pode ser extraída de forma sustentável, sem pôr em perigo a árvore ou afetar a biodiversidade, contribuindo para uma relação equilibrada com a natureza e a manutenção dos ecossistemas que lhe estão associados.

Os montados de sobro desempenham um papel fundamental na regulação hidrológica, na proteção do solo e no sequestro de carbono, com uma média de cerca de 200 anos de vida, os sobreiros são responsáveis, só em Portugal, pela retenção de cinco milhões de toneladas de CO₂, por ano. A fileira da cortiça apresenta-se, assim, como garantia de um futuro mais promissor pela sustentabilidade ambiental, económica e social que preconiza. No entanto, igualmente importante à cortiça como matéria-prima, é a cortiça como produto acabado, neste caso, rolha de cortiça. Assim, há cada vez mais preocupação com a longevidade das rolhas, nomeadamente através da análise de alterações funcionais durante o seu tempo de uso em garrafa.

1.2. Apresentação da Cork Supply Portugal, SA

A empresa Cork Supply Portugal (CSP) pertence ao Grupo Harv81, anteriormente designado também por Grupo Cork Supply. Este Grupo foi fundado em 1981 na reconhecida região vinícola do Norte da Califórnia. No seu compromisso com a qualidade, dedica-se exclusivamente à indústria vinícola, apoiando os produtores de vinho e bebidas espirituosas em todo o mundo, fornecendo soluções consistentes e fiáveis nas suas atividades de fabrico de rolhas, sob o nome Cork Supply (CS), assim como na

produção de barricas, na Tonnellerie Ô (barricas e alternativos) e de rótulos para a indústria vinícola através da Studio Labels.

Em 1995, o Grupo fundou a CSP numa estratégia de integração vertical. A CSP dispõe de quatro unidades, três a norte e uma a sul do território continental português. Localizada no Montijo, encontra-se a CSP3, unidade de preparação, unidade onde é preparada a cortiça proveniente dos produtores florestais no seu estado cru e onde se utiliza a tecnologia para o processo de cozedura. A cortiça é transportada em camiões tanto até à unidade industrial de São Paio de Oleiros, CSP1, como até à unidade de S. João de Vêr, CSP4, onde se iniciam os processos de produção de rolhas naturais e técnicas, respetivamente. A unidade CSP1 dedica-se à produção de rolhas naturais que são usadas em todo o Mundo e tem uma capacidade de produção de 350 milhões de rolhas por ano. A CSP4, localizada em São João de Ver, dedica-se à produção de rolhas técnicas e tem capacidade de produção para 600 milhões de rolhas acabadas por ano, sendo a matéria-prima utilizada no processo proveniente tanto de parte da cortiça não utilizada na CSP1 e proveniente da CSP3 como do material sobranço do fabrico de rolhas (aparas). Nas instalações da CSP4 ocorrem ainda as operações da TALIS, para fabrico de Bartops, com capacidade de produção de 100 milhões por ano. Por último, em Rio Meão, localiza-se a CSP2, unidade de acabamento. Esta unidade dedica-se à personalização, em concordância com as exigências dos clientes, através da marcação a tinta, fogo ou laser, ao tratamento de superfície, embalamento e controlo da qualidade de todas as rolhas enviadas para as adegas de toda a Europa. Tem uma capacidade de produção instalada para 250 milhões de rolhas acabadas por ano.

1.2.1. Visão da Cork Supply Portugal, SA













A CS trabalha para ser o parceiro de maior confiança e credibilidade da indústria vinícola, fornecendo os melhores produtos do setor. Para isso, emprega especialistas excecionais e atua sempre orientado para a qualidade dos seus produtos e serviços, para a satisfação das necessidades dos seus clientes, sem nunca perder a honestidade, integridade e respeito pelo ambiente.

Nas últimas décadas a Cork Supply tem dedicado muito do seu esforço nos padrões de qualidade sensorial, tendo vindo a destacar-se por tecnologias como o Innocork®, processo que extrai 2,4,6-Tricloroanisol (TCA) e outros aromas da cortiça natural e o DS100+, tecnologia de inspeção não destrutiva e não invasiva, numa linha de produção que permite a testagem de 100% das rolhas de lotes com garantias de ausência de TCA e

permitindo a criação de uma gama de produto diferenciado. Estas duas são exemplo das cinco famílias de patentes que o Grupo criou. O espírito inovador da Cork Supply ultrapassa largamente o domínio das rolhas, desempenhando um papel fundamental na busca permanente pela melhoria contínua em tudo o que faz.

No domínio com o compromisso de sustentabilidade, a CS assume a necessidade de enquadramento da sua Visão nos Objetivos de Desenvolvimento Sustentáveis (ODS) da Organização das Nações Unidas (ONU). Como empresa de escala global, assume-se com uma responsabilidade acrescida de cuidar do futuro, focando numa Estratégia 3P's: Pessoas e comunidades; Produtos e inovação; e Planeta e operações, Tabela 1.1.

Tabela 1.1 – ODS's associados à Estratégia dos 3P's.

3P's	ODS'S			
Pessoas e comunidades				
				
Produtos e inovação				
Planeta e operações				

Para informação mais detalhada, consultar CSP (2020).

1.2.2. Produtos CS

A indústria rolheira produz uma vasta gama de rolhas, disponíveis em vários calibres e formatos, de forma a adaptarem-se à diversidade de garrafas e bebidas. Em grandes linhas podem classificar-se 2 grupos de rolhas: aquelas que são obtidas diretamente a partir do corte das pranchas de cortiça – as chamadas rolhas naturais – e as que se produzem a partir de granulado de cortiça obtido pela moagem de sub-produtos da indústria de produção de rolhas naturais – as chamadas rolhas técnicas.

Nas rolhas técnicas podem ainda classificar-se em aglomeradas, quando usado grãos de dimensões superiores ou iguais a 3 mm, e as micro aglomeradas, tipicamente

produzidas a partir de grãos de menor dimensão. Na Figura 1.1 encontra-se a gama de rolhas produzidas pela CS.



Figura 1.1 – Gama de rolhas produzidas pela CS (CSP, 2020).

A CS possui ainda de uma gama de produtos com garantia individual, Figura 1.2, satisfazendo as necessidades do cliente.

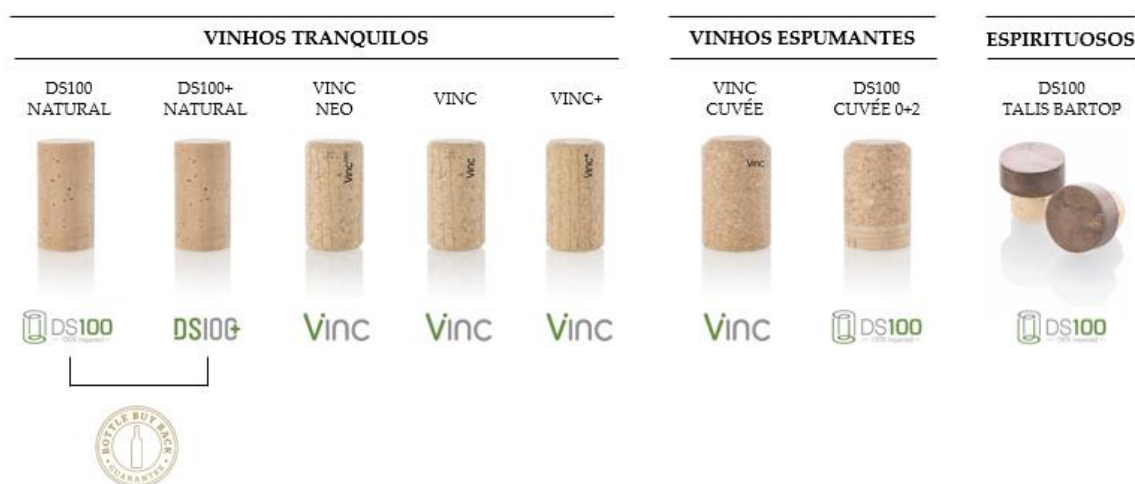


Figura 1.2 – Gama de produtos da CS com garantia de qualidade individual (CSP, 2020).

No que se refere às especificações das rolhas naturais e técnicas, de salientar a diferença na composição, o que se repercute também nas características físicas e mecânicas.

Todas as rolhas naturais fornecidas pela CS têm o importante selo de garantia Innocork®. A DS100 Rolha Natural, é submetida ao serviço DS100, consistindo numa análise não invasiva e não destrutiva realizada por um painel de provadores altamente

especializados que garante a eliminação de rolhas com desvios sensoriais, incluindo TCA, em 100% das rolhas de um lote. Após um condicionamento em ambiente controlado durante 24 horas, as rolhas são avaliadas sensorialmente por três especialistas de forma sequencial. As rolhas que apresentam algum desvio olfativo são devidamente eliminadas da cadeia de produção. A DS100+ Natural, distingue-se da anterior pela nova tecnologia automática que garante rolhas naturais 100% livres de TCA, eliminando da cadeia produtiva qualquer rolha que tenha níveis de TCA acima do limiar sensorial (informação obtida através de documentos internos da CS).

Entre as variadíssimas rolhas microaglomeradas produzidas pela CS, importa dividir, neste estudo, em dois grupos, as: Microaglomeradas produto corrente e as VINC (de garantia individual). Em relação a estes dois grupos existem, dentro de cada grupo, várias que se distinguem, sobretudo, pela qualidade que oferecem ao cliente.

A rolha CS Micro é a solução microaglomerada mais avançada da gama CS, produzida através de tecnologia de moldação individual, oferecendo uma excelente vedação e um desempenho mecânico e sensorial exemplares. As VINC distinguem-se das Micro por serem livres de TCA, uma vez que se produz exclusivamente a partir de matéria-prima controlada pela CS. A linha de produtos VINC é também resultado do processo VAPEX®, que consiste na desinfeção dos grânulos de cortiça por lotes, eliminando o TCA através da transferência de massa e calor. As VINC são a escolha natural para quem prefere rolhas técnicas (informação obtida através de documentos internos da CS). Esta rolha será referida como rolha técnica ao longo da dissertação.

1.3. Tema e objetivos da dissertação

O mercado, cada vez mais exigente, pede detalhes quanto ao desempenho dos vedantes a longo prazo, incluindo o contributo para o envelhecimento do vinho que pretende preservar. Por outro lado, é também solicitada informação quanto a parâmetros funcionais das rolhas, ou seja, é relevante a aquisição de informação que permita estabelecer critérios relacionados com a longevidade das rolhas, nomeadamente através da análise de alterações funcionais durante o seu tempo de uso em garrafa.

Com esse objetivo, este trabalho propõe o desenvolvimento e a implementação de novas metodologias para a determinação de dois parâmetros relacionados com o desempenho de rolhas em garrafa: a memória elástica e a progressão de vinho pela rolha.

Foram selecionados dois tipos de rolhas produzidas pela CSP, natural e microaglomerada. As variáveis em estudo para os referidos parâmetros funcionais são o perfil interno dos gargalos das garrafas usadas e o tempo de uso do vedante.

A memória elástica permite analisar eventuais perdas de elasticidade com o tempo de confinamento da rolha no volume disponível no gargalo. O método mais usado para medir a recuperação do diâmetro consiste em determinar a medida deste após o teste de compressão de imediato no relaxamento e posteriormente a 15 minutos, 1 h, através de um paquímetro.

Quanto à impregnação da rolha com vinho, permite estabelecer em que medida a capacidade vedante da rolha pode ficar comprometida no mesmo tempo de armazenamento. Esta progressão de vinho pela rolha é habitualmente determinada pela pesagem da rolha após extração, seguindo-se a secagem da rolha na estufa a 103 °C, até massa constante, obtendo-se a percentagem de humidade da rolha.

Os referidos métodos de referência, capazes de medir o perfil de humidade, bem como o comportamento elástico da rolha, são trabalhosos, destrutivos, lentos e suscetíveis a erros.

Deste modo, propõe-se a investigação e o desenvolvimento de metodologia de acompanhamento da recuperação elástica da rolha após extração (a sua recuperação diametral) e de uma ferramenta não invasiva para a monitorização de perfil de humidade da rolha no gargalo.

Inicialmente, o trabalho passou por fazer um levantamento de estudos já realizados das variáveis influenciadoras do desempenho da rolha.

Para o estudo do comportamento elástico da rolha, desenvolveu-se uma metodologia que, através de imagens fotográficas, e posterior processamento de imagem, é capaz de medir a expansão da rolha ao longo do tempo. Assim, pretende-se diminuir o erro e a manipulação possíveis, resultantes da medição através do paquímetro. Para traçar o perfil de humidade da rolha, começou-se a estudar a utilização de uma câmara termográfica.

O trabalho em realização está a ser laborado no departamento de I&D, localizado na CSP1.

1.4. Organização do relatório

O relatório encontra-se dividido em 7 capítulos. No capítulo 1, é feita uma breve descrição da empresa onde se realiza a dissertação, apresenta-se o tema e os objetivos desta e faz-se uma breve descrição da estrutura do relatório.

No capítulo 2 é abordada a cortiça desde a sua origem (floresta e o descortiçamento), passando pela sua estrutura e suas propriedades.

O capítulo 3 refere-se especificamente à rolha, qual a sua função, especificações e monitorização, e são ainda abordados estudos científicos sobre o assunto em análise nesta tese.

No capítulo 4 encontra-se o procedimento experimental seguido para a obtenção das metodologias em estudo de viabilização, nomeadamente a análise de fotografia no *ImageJ* e a utilização de uma câmara termográfica. No capítulo 5 são apresentados os resultados e discussão relativos à obtenção dos métodos referidos.

No capítulo 6 encontram-se as conclusões retiradas ao longo do trabalho realizado. Por último, no capítulo 7 é possível analisar propostas para trabalhos futuros, sendo possível dar continuidade ao trabalho realizado.

2. A Cortiça

A cortiça é um material cujas aplicações são conhecidas desde a Antiguidade, sobretudo como material flutuante e como vedante, tendo o mercado, a partir do início do século XX, sofrido uma enorme expansão, nomeadamente face ao desenvolvimento de aglomerados diversos à base de cortiça (Gil, 2007).

É o parênquima suberoso originado pelo meristema subero-felodérmico do sobreiro (*Quercus suber* L.), ou seja, a cortiça é a casca do sobreiro. É um tecido vegetal 100% natural e é constituída por uma colmeia de células microscópicas de aspeto alveolar, cujas membranas celulares possuem um certo grau de impermeabilização, e possuem um gás idêntico ao ar, que ocupa cerca de 90 % do volume. A nível macroscópico, é um material leve, elástico e praticamente impermeável a líquidos e gases. É também um ótimo isolante térmico e elétrico e absorvedor acústico e de vibrações, sendo também inócuo e praticamente imputrescível, apresentando a capacidade de se comprimir sem expansão lateral (Gil, 2007) (APCOR, 2018).

Quando a cortiça é comprimida, as suas células encurvam e dobram, não lhe conferindo praticamente qualquer expansão lateral, havendo uma posterior recuperação. A cortiça é também um material que dissipa a energia de deformação. Este material possui ainda uma notável estabilidade química e biológica e uma boa resistência ao fogo (Gil, 2007).

No que se refere ao descortiçamento, a árvore não pode ser totalmente “despida” do seu revestimento suberoso. Esta operação é efetuada manualmente com recurso a machados, como se pode ver na Figura 2.1, existindo já processos mecânicos (Gil, 2007).



Figura 2.1– Descortiçamento do sobreiro (UNAC, 2020).

A grande exploração industrial acontece no terceiro descortiçamento, ou seja, após descortiçamentos sucessivos, é que se obtém a cortiça com uma superfície exterior mais uniforme, designada por cortiça de reprodução ou amadia, com propriedades adequadas para a produção de rolhas de qualidade (Gil, 2007).

A partir desta altura, o sobreiro fornecerá, de nove em nove anos, cortiça com boa qualidade durante cerca de século e meio, produzindo, em média, 15 descortiçamentos durante toda a sua vida (APCOR, 2018).

2.1. Estrutura morfológica e composição da cortiça

2.1.1. Morfologia

Quando observada ao microscópio, a cortiça pode ser descrita como um tecido homogéneo, constituído por células dispostas de modo compacto e forma regular, sem que haja espaços entre elas, contendo um gás semelhante ao ar no seu interior, numa estrutura alveolar que se assemelha com a de um favo de mel. As células constituintes têm a forma de prismas retangulares e estão empacotadas em colunas paralelas. A cortiça contém ainda canais lenticulares cujo diâmetro e número é variável, influenciando a densidade e porosidade da cortiça. Os canais lenticulares existentes também possuem forma cilíndrica, não alterando assim a configuração existente (Silva, et al., 2005).

2.1.2. Estrutura macroscópica

A cortiça apresenta um aspeto quase homogéneo, sem aparente diferenciação celular, pois a sua estrutura celular não é visível devido às reduzidas dimensões das suas células. No entanto, os canais lenticulares, responsáveis pelas trocas gasosas entre o exterior e o interior da árvore, fazem com que sejam visíveis fendas na estrutura macroscópica da cortiça (Amaral Fortes, Rosa, & Pereira, 2004) (Pereira, 2007) (Pereira, 1988).

Ao longo da espessura da cortiça são observáveis os anéis de crescimento, distinguíveis por serem constituídos por células com diferentes dimensões e diferentes espessuras das suas paredes celulares formadas na Primavera/ Verão ou Outono/Inverno. Assim, por exemplo, numa cortiça com nove anos há nove camadas completas de Outono e oito camadas completas de Primavera e ainda duas meias camadas de Primavera; uma junto à raspa, logo após o descortiçamento anterior e outra junto ao ventre, que estava em formação na altura da despela.

A qualidade da cortiça é determinada pela homogeneidade da massa de células suberificadas relativamente a descontinuidades ou tecidos estranhos que apareçam

intercalados. Dentro destas discontinuidades existem sempre os canais lenticulares que atravessam radialmente a cortiça, e que transversalmente dão origem aos poros. A estrutura da cortiça é anisotrópica (as propriedades variam com a direção) (Gil, 2007). A análise de uma secção de cortiça é normalmente feita através de um esquema que define três direções principais e três secções principais, perpendiculares a cada uma das direções principais, Figura 2.2. As três principais direções definidas para este material são: a radial (segundo o raio da árvore), a axial (segundo o eixo do tronco) e a tangencial (tangente à circunferência do tronco). Em relação às secções, a secção perpendicular à direção radial designa-se por tangencial (por ser tangente ao tronco das árvores), a secção perpendicular à direção axial é a secção transversal (por ser transversal ao tronco) e a secção perpendicular à direção tangencial designa-se por secção radial (por ser segundo o raio do tronco) (Amaral Fortes, Rosa, & Pereira, 2004) (Silva, et al., 2005).

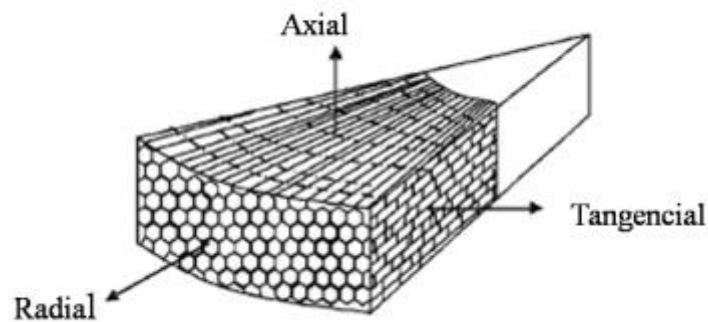


Figura 2.2 – Representação da disposição das células num corte de uma placa de cortiça (Silva, et al., 2005).

No entanto, a anisotropia deixa de ser sentida quando existe um aglomerado de cortiça, dada a distribuição/orientação aleatória dos grânulos (Gil, 2007).

2.1.3. Estrutura microscópica

A cortiça é constituída por células sem espaços entre si cujo conteúdo desapareceu durante o crescimento e posteriormente sofreu um processo de suberificação das membranas celulares. As células comunicam entre si por plasmodesmos que são microcanais que atravessam a parede celular. Apenas 10-15% do volume das células da cortiça correspondem ao volume das paredes celulares, o que significa que os restantes 85-90% é espaço vazio. Esta estrutura é que confere a este material as suas propriedades de interesse de isolamento e resiliência (Gil, 2007).

As paredes celulares são constituídas por uma base estrutural de suberina e polifenóis poliméricos, tipo lenhina, com uma elevada quantidade de ceras extratáveis (Gil, 2007).

Como se verifica na Figura 2.3, a parede celular apresenta 5 camadas: uma camada média constituída por celulose fortemente lenhificada e de espessura muito reduzida (parede primária, confere rigidez e estrutura), duas camadas interiores bastante mais espessas constituídas fundamentalmente por suberina (parede secundária, confere impermeabilidade) e duas camadas de natureza celulósica (parede terciária) (Pereira, 1988).

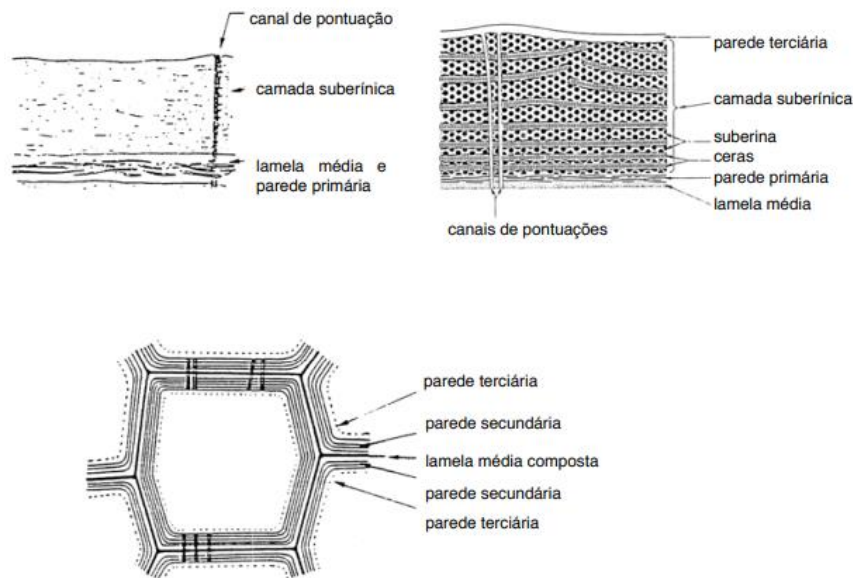


Figura 2.3 – Esquema da estrutura das células da cortiça (Gil, 2007).

As membranas celulares possuem uma espessura mais fina nas células geradas na Primavera e Verão (1 a 1,25 μm) e maior nas células de Outono/Inverno (2 a 2,5 μm). Este facto, associado à maior ou menor dimensão das células, interfere nas propriedades físico-mecânicas da cortiça. Por isso, as cortiças de rápido crescimento, com anéis suberosos de maior espessura, são menos densas, mais compressíveis e menos elásticas do que as cortiças delgadas (Gil, 2007).

2.1.4. Composição química

De uma forma geral, os constituintes químicos da cortiça encontram-se bem documentados apesar de a abundância dos seus componentes ser relativamente variável, sendo influenciada pela origem geográfica e qualidade da árvore, e até mesmo pela parte da árvore de onde a cortiça é retirada (Pereira, 1988).

A constituição química da cortiça engloba vários tipos de compostos, que tradicionalmente são divididos em grupos, expostos na **Erro! A origem da referência não foi encontrada..1**.

Tabela 2.1 – Constituição química da cortiça e as suas funções (Gil, 2007).

Elemento	Percentagem	Função na cortiça
Suberina	45 %	Compressibilidade e elasticidade
Lenhina	27 %	Componente estrutural das paredes celulares
Polissacarídeos	12 %	Estrutura
Ceroides	6 %	Impermeabilidade
Taninos	6 %	Conferem a cor e servem como material de proteção e conservação
Cinzas	4 %	

Denote-se que a suberina é uma mistura de ácidos orgânicos a partir da qual são formadas as paredes das suas células, impedindo a passagem de água e de gases. As propriedades da suberina são notáveis, pois é praticamente infusível, insolúvel na água, no álcool, no éter, no clorofórmio, no ácido sulfúrico concentrado, no ácido clorídrico, entre outros (APCOR, 2018).

Maiores ou menores, todas as células são preenchidas por uma mistura de gases semelhante ao ar. Uma prancha de cortiça, por exemplo, contém cerca de 60% de elementos gasosos, o que explica a sua extraordinária leveza. É este agregado de pequenas almofadas que concedem à cortiça uma compressibilidade fora do vulgar. Em simultâneo, graças à impermeabilidade que a suberina dá às paredes da célula da cortiça, esta é hermética. O gás nela contido não pode sair, sendo o fundamento da sua má condutibilidade térmica. Possui, ainda, uma massa volúmica média de cerca de 200 kg/m³ (APCOR, 2018).

2.2. Propriedades da cortiça

A densidade da cortiça seca ao ar é geralmente cerca de 150 a 160 kg/m³, mas uma gama mais ampla de valores pode ser observada na natureza, influenciada por vários fatores (Pereira, 2015).

A composição química da cortiça confere impermeabilidade às suas paredes celulares. Relativamente à porosidade, é função do volume que os canais lenticulares ocupam, sendo normalmente avaliada na secção tangencial da prancha ou rolha de cortiça (Amaral Fortes, Rosa, & Pereira, 2004). Importa referir que quanto menor é a percentagem de porosidade, melhor é a cortiça. Assim, a cortiça utilizada em rolhas naturais é escolhida previamente de modo a garantir que não possui porosidades superiores a 10 % (Amaral Fortes, Rosa, & Pereira, 2004).

Por último, a cortiça é conhecida pela sua compressibilidade. Durante um processo de compressão, a cortiça passa por 3 fases de alteração da sua estrutura: i) a deformação elástica das células, ii) a dobragem das paredes celulares e, por fim, iii) o colapso das paredes e, conseqüentemente, esmagamento das células (Figura 2.4). Na primeira fase (deformação elástica), devido à pressão que está a ser exercida, ocorre uma flexão das paredes celulares e o empacotamento das células, de forma mais ou menos uniforme por toda a área da cortiça. Na fase seguinte, continua a haver alteração da estrutura celular, devido à deformação das paredes celulares. Por fim, se a pressão continuar a ser exercida, ocorre o colapso das paredes celulares, levando ao esmagamento das células (Silva, et al., 2005) (Amaral Fortes, Rosa, & Pereira, 2004).

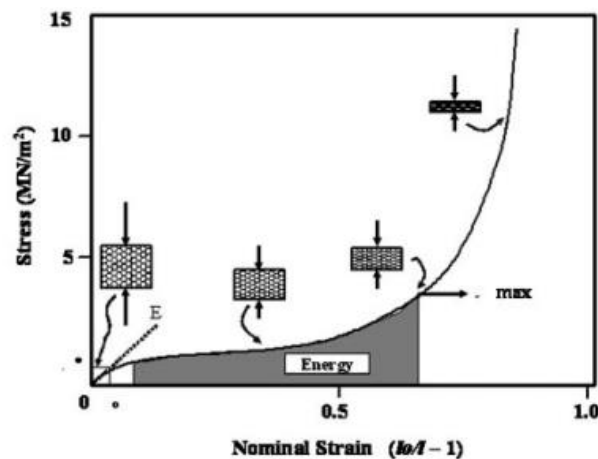


Figura 2.4 – Curva tensão-deformação típica da cortiça (Silva, et al., 2005).

A recuperação das dimensões originais após a remoção da compressão é rápida e está associada ao desdobraimento das paredes celulares empenadas. A deformação permanente após 50% de tensão é pequena (3 a 9%) e pode estar relacionada às células lenhocelulósicas que revestem os poros.

Os valores descritos na literatura para o módulo de Young da cortiça situam-se na gama dos 10 a 20 MPa, com o mesmo tipo de anisotropia entre as direções radial e não radial. As amostras de cortiça com maior densidade exibem globalmente maiores resistências à compressão, devido à estrutura química da parede celular da cortiça, pois a macromolécula de suberina flexível, com os seus monómeros lineares de cadeia longa, permite a ondulação da parede celular até mesmo para completar o dobramento sem fratura (Pereira, 2015).

Assim, a cortiça pode ser classificada como um material viscoelástico, ou seja, quando a tensão é removida, a recuperação não é total nem instantânea, sendo que, em todo o caso dependendo da temperatura, da quantidade e da rapidez da pressão aplicada, pode ocorrer uma recuperação da estrutura inicial (Silva, et al., 2005).

3. A rolha e sua utilização

As rolhas de cortiça asseguram a vedação do vinho no recipiente de vidro. Esta vedação, quando prolongada no tempo, promove a maturação do vinho, ou seja, o seu envelhecimento nobre através de inúmeros processos físico-químicos que ocorrem, quer entre os seus componentes, quer entre estes e as substâncias que compõem o ambiente interno da garrafa (APCOR, 2018).

Vários fatores afetam o vinho, sendo necessária a escolha dos materiais corretos no seu armazenamento. O vidro, como material, garante a máxima impermeabilidade ao oxigénio, enquanto as rolhas de cortiça favorecem uma boa evolução dos vinhos, permitindo um ingresso controlado de oxigénio (Sánchez-González, González-Hernández, & Prades, 2020).

Assim, a escolha da rolha é um dos fatores mais importantes que afetam a qualidade do vinho como produto final.

3.1. Rolha natural e rolha microaglomerada

A rolha natural é integralmente extraída de um único traço de cortiça devidamente selecionado em termos de qualidade, o que faz com que seja um produto topo de gama. As rolhas naturais obtidas de um único traço de cortiça são o produto de maior valor acrescentado, fabricado a partir de cortiça de alta qualidade. As propriedades físicas e mecânicas deste produto natural tornam-no ideal para vedar vinhos de qualidade (Prades López & Sánchez-González, 2019).

Relativamente à rolha microaglomerada, é formada por grânulos produzidos a partir dos subprodutos de cortiça de grande qualidade e derivados da brocagem de rolhas naturais. Estes subprodutos são granulados em máquinas de trituração e obtêm-se grânulos com granulometrias diversas. Posteriormente, estes grânulos são aglomerados com uma cola de poliuretano e o corpo é individualmente moldado ou obtido por extrusão, dando origem a corpos cilíndricos que são cortados à medida das rolhas (APCOR, 2018).

3.2. Função vedante

O objetivo da rolha é a vedação da garrafa, proporcionando a estanquicidade do sistema rolha-garrafa relativamente aos líquidos nela contidos.

Os principais parâmetros físicos e mecânicos da cortiça que se determinam para inferir quanto à capacidade de vedação das rolhas são: a densidade; a força de compressão necessária para reduzir o diâmetro da cortiça ao diâmetro da maxila de rolhamento; a força de relaxamento que a cortiça exerce sobre o gargalo de engarrafamento na inserção; a recuperação do diâmetro da cortiça; e a força de extração necessária para o consumidor final retirar a rolha.

A compressibilidade da cortiça permite compressão adequada nas maxilas da rolhadora. A cortiça é resistente à fricção e abrasão. Os tratamentos superficiais aplicados na rolha favorecem ainda esta resistência permitindo a introdução adequada nos gargalos, por efeito da função da rolhadora. As propriedades de resiliência permitem uma distribuição constante e contínua da pressão da rolha contra o vidro.

3.2.1. Garrafas

Em primeira análise, importa referir a existência de vários tipos de garrafas de vinho, sendo as mais usuais a garrafa borgonhesa e a garrafa bordalesa. Dentro destas, existem inúmeros modelos que se distinguem, essencialmente, pelo seu peso e cor. A borgonhesa leve apresenta um peso de 30 g e o vidro é mais esverdeado enquanto a bordalesa pesada tem um peso superior a 30 g e uma cor castanho-escuro. Relativamente à garrafa bordalesa, esta apresenta linhas mais direitas utilizada nos vinhos brancos e verdes, sendo o modelo normalmente utilizado denominado por bordalesa prestígio. É notável a diferença de ambas, como se pode observar na Figura 3.1.



Figura 3.1 – Imagem de garrafa bordalesa e garrafa borgonhesa (Castelos, 2022).

A Norma CETIE, constituída por fichas e guias que definem geometrias de acabamentos de gargalo e sistemas de fecho, possui recomendações para a utilização de

recipientes e seus componentes, bem como as boas práticas a ter em conta para a conceção, produção e controlo para as garrafas ((CETIE), 2008). A norma EN 12726 define dimensões e tolerâncias para gargalos de garrafas para vinho com uma pressão de carbonatação não superior a 1,2 g CO₂/l para as quais o uso de rolhas cilíndricas é adequado, Figura 3.2.

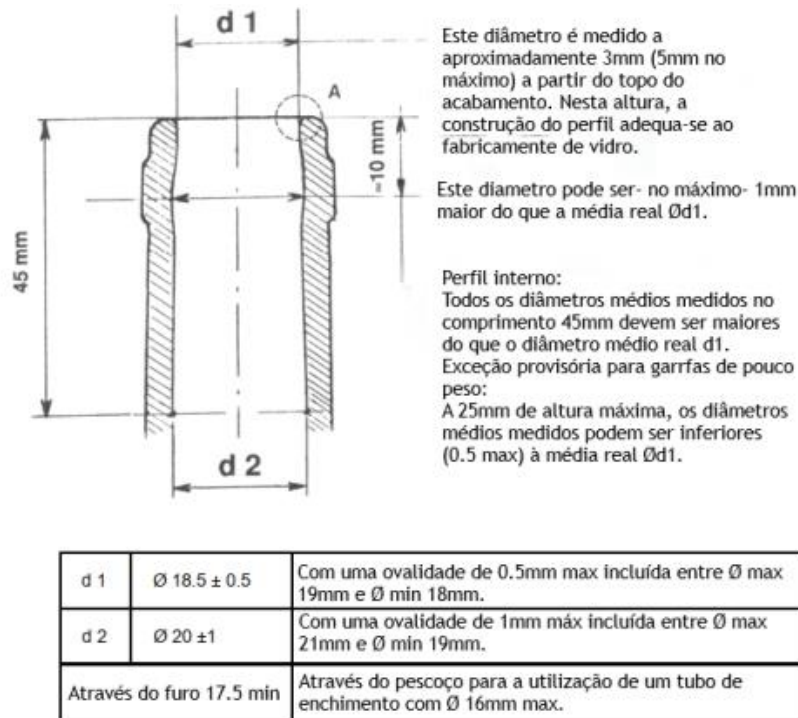


Figura 3.2 – Perfil interno no gargalo, segundo a norma CETIE ((CETIE), 2008).

3.2.2. O processo de rolhamento

Para vedar as garrafas de vinho, a rolha é comprimida na maxila e inserida no gargalo da garrafa. Na prática normal, existe uma relação estreita entre o diâmetro do gargalo da garrafa, o diâmetro da rolha e o diâmetro da maxila de rolhar. Os gargalos de rolhamento padrão não são completamente cilíndricos. De acordo com a Norma Europeia EN 12726 (2000), o diâmetro ótimo de rolha para vinhos tranquilos é de 24 x 44 mm, correspondentes ao diâmetro e altura, respetivamente, correspondente a um engarrafamento padrão de 19 mm (diâmetro médio do gargalo) (Prades López & Sánchez-González, 2019).

Na inserção da rolha no gargalo, devido à sua expansão rápida contra o gargalo e após sair das maxilas, é comprimido qualquer gás que tenha permanecido no espaço acima do vinho. No entanto, com a aplicação consistente de CO₂ flash e/ou vácuo, a pressão residual é reduzida ou próxima da pressão atmosférica.

No engarrafamento, é aconselhável que as rolhadoras (Figura 3.3) reduzam o diâmetro da rolha em 33 % (taxa de compressão de 33%) de 24 para 16 mm, a fim de inserir a rolha em gargalos de 19 mm. Uma boa prática no engarrafamento é não aplicar deformações do diâmetro superiores a 33 %, devido ao efeito negativo que tem na elasticidade, na recuperação do diâmetro e na força de relaxamento exercida pela rolha no gargalo, não devendo, portanto, ultrapassar a primeira fase da curva de tensão-deformação descrita no capítulo 2.2., fase de deformação elástica das células (Sánchez-González, González-Hernández, & Prades, 2020) (Prades López & Sánchez-González, 2019).

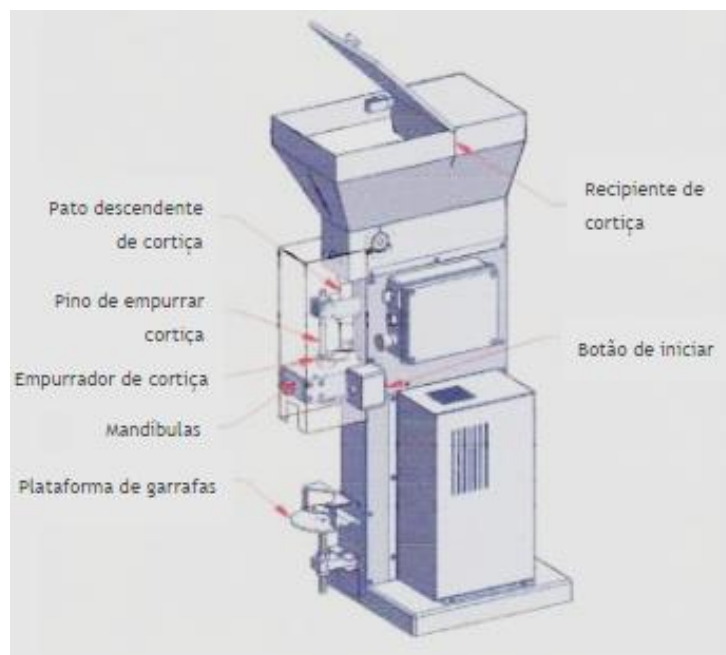


Figura 3.3 – Esquema da rolhadora utilizada na CSP.

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

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

3.3. Monitorização

É necessário que as rolhas possuam especificações mecânicas e físicas. Para isso, a ISO 16420 define, para cada tipo de rolha de cortiça cilíndrica pronta a usar para vinhos tranquilos (rolhas de cortiça natural colmatadas ou não, rolhas aglomeradas, rolhas 1+1), um conjunto de especificações correspondentes a diferentes parâmetros testados.

Deste modo, foi importante conhecer quais as especificações, para cada tipo de rolha, particularmente o teor de humidade e a recuperação dimensional após compressão, encontrando-se os valores respetivos no Anexo A.1, bem como as restantes especificações, nomeadamente as dimensões, as forças de extração, massa e densidade da rolha.

Para a obtenção destes parâmetros seguem-se normas específicas relativas a cada um. Os métodos de ensaio para as determinações são para rolhas cilíndricas de cortiça totalmente inseridas no gargalo, prontas a usar.

Para a determinação da absorção de líquidos, a Norma 2803-9 apresenta o Método A, descrito no Anexo A2.

A absorção (A) de cada rolha é dada pela fórmula 1.

$$A = [(m_f - m_i)/m_i] \times 100 \quad (1)$$

Onde m_f é massa final da rolha após ensaio, expressa em miligramas e arredondada à unidade e m_i é a massa inicial da rolha, expressa em miligramas e arredondada à unidade. O resultado final é expresso em percentagem, indicando-se os valores individuais, arredondados à unidade.

Para a determinação da recuperação dimensional após compressão, segue-se a ISO 9727-4, estando o procedimento descrito no Anexo A3.

A percentagem de recuperação do diâmetro do provete após o período de compressão é obtida pela equação 2.

$$\frac{D_2}{D_1} \times 100 \quad (2)$$

Onde D_1 é o diâmetro inicial medido e D_2 o diâmetro final medido.

3.4. Desempenho da rolha e fatores que o podem influenciar

É importante a aquisição de informação que permita estabelecer critérios relacionados com a longevidade das rolhas, nomeadamente através da análise de alterações funcionais durante o seu tempo de uso em garrafa. De entre os parâmetros medidos, destacam-se, na presente dissertação, a recuperação dimensional da rolha e a progressão do vinho pela rolha.

Neste capítulo, pretende-se realizar um levantamento de estudos disponíveis no âmbito do desempenho das rolhas, especificamente no impacto de diversas variáveis como formato dos gargalos, composição da rolha e relação dimensional entre o diâmetro da rolha e o do gargalo.

3.4.1. Garrafas e gargalos

A CSP estudou a variabilidade dos diâmetros internos dos gargalos das garrafas de vinho.

Analisou o perfil de 224 garrafas, modelo bordalesas leves, com capacidade de 75 cl, um nível de enchimento de 63 mm, todas do mesmo modelo, do mesmo produtor, no entanto fabricadas a partir de diferentes moldes. Os resultados estão resumidos na Figura 3.4.

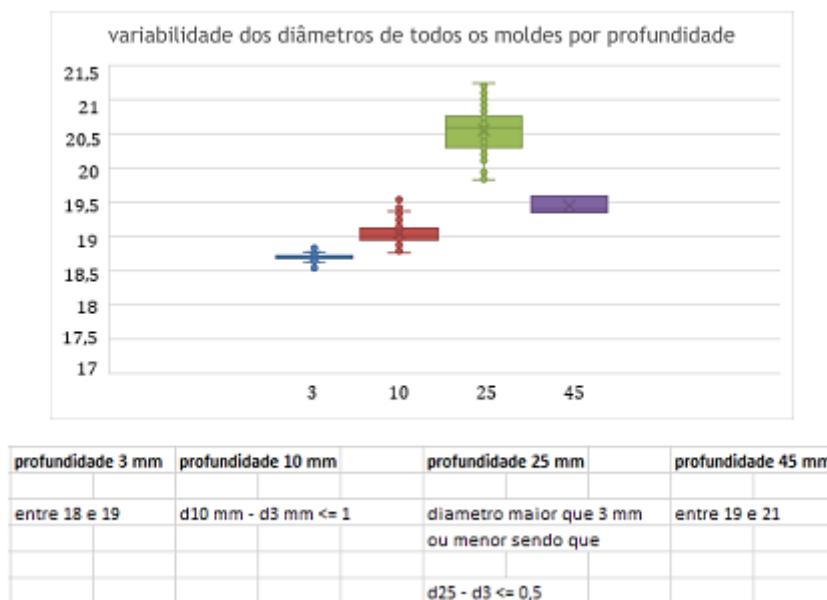


Figura 3.4 – Representação da variabilidade dos diâmetros de todos os moldes por profundidade.

Concluiu-se que, além da variabilidade obtida nos gargalos internos, entre as garrafas analisadas no estudo, 20 % não seguiam as especificações da Norma CETIE. O estudo do

impacto desta variabilidade na funcionalidade da rolha ao longo do tempo de vida numa garrafa de vinho, foi definido como objetivo para dar continuidade a este trabalho.

3.4.2. Estudos sobre a classificação mecânica e recuperação dimensional de rolhas usadas

3.4.2.1. Estudo das propriedades mecânicas de diferentes tipos de rolhas de vinho: microaglomerada, natural e sintética

Sánchez-González e Pérez-Terrazas (2018) estudaram algumas propriedades mecânicas em diferentes tipos de rolhas, microaglomerada, natural e sintética co-extrudida, ou seja, rolhas com diferentes composições de cortiça e densidades. Todas as rolhas utilizadas neste ensaio foram previamente tratadas à superfície com uma emulsão aquosa incluindo silicones e ceras (Sánchez-González & Pérez-Terrazas, 2018).

O estudo revelou que as rolhas naturais (100 % de cortiça), possuem uma força de compressão (FC) (cada rolha comprimida a 33% do diâmetro inicial e medida com uma máquina de teste universal Zwick com uma célula de carga de 20.000 N) superior às rolhas microaglomeradas que contêm até 50 % de cortiça e inferior às rolhas que contêm uma percentagem superior.

Para o módulo de Young, obtiveram-se valores maiores nas rolhas de cortiça naturais, diminuindo com a diminuição da percentagem de cortiça presente na rolha.

Quanto à força de reação (FR) (força de reação exercida pela rolha após 3 min após sofrer uma taxa de compressão de 12,5%), esta variou tanto com a percentagem de cortiça, como com a densidade da rolha. A maior força, cerca de 1450 N, obteve-se para a rolha com 80 % e 90 % de cortiça e de maior densidade. Para rolhas naturais, obtiveram-se valores entre 600 e 1000 N.

Analisou-se também a recuperação do diâmetro após compressão (medida imediatamente após o ensaio de compressão e após 15 min, 1 h e 24 h após o ensaio utilizando um paquímetro). Ao fim de 24h, atingiram-se recuperações entre 97 e 99 %, sendo que os valores mais baixos (97 %) correspondem às rolhas de cortiça natural. Relativamente às restantes, rondaram a mesma percentagem de recuperação, sendo as diferenças na ordem dos 1 %.

Por último, foi medida a força de deslocamento, força máxima necessária para extrair a rolha, que pode ser usada como um representante da força de extração necessária para

remover a rolha da garrafa usando um saca-rolhas, foi medida simulando a cortiça empurrada do interior da garrafa, utilizando a máquina de teste universal de Zwick equipada com placas de compressão. Esta foi tanto maior quanto a percentagem de cortiça e maior densidade, exceto nas rolhas naturais, que detiveram as forças mais baixas, e a rolha sintética, que foi a que apresentou maior força de deslocamento (Sánchez-González & Pérez-Terrazas, 2018).

3.4.2.2. Comportamento das rolhas de cortiça natural na modificação dos parâmetros de rolhagem padrão: três casos práticos

Prades López e Sánchez-González (2019) avaliaram o comportamento mecânico das rolhas durante o processo de rolhamento em três casos práticos: i) reduzindo o diâmetro da rolha; ii) reduzindo o diâmetro do gargalo; e iii) reduzindo o diâmetro da maxila da rolha (compressão). O material consistiu em três lotes de 30 rolhas naturais de uma só peça, da mesma qualidade, medindo 44 mm de comprimento e 24, 22,5 e 20,5 mm de diâmetro para gargalos de 19, 18 e 17 mm, respetivamente.

O estudo demonstrou que as forças máximas de compressão (FC) e relaxamento (força radial e perpendicular exercida pela rolha de cortiça contra as paredes internas do gargalo, medido com equipamento próprio, a força máxima de relaxamento é exercida pela rolha no gargalo na inserção) estão diretamente relacionadas à taxa de compressão (taxa a que a rolhadora reduz o diâmetro da rolha). Observa-se diminuição à medida que a taxa de compressão e o diâmetro diminuem. Para uma taxa de compressão de 27% e rolhas de 24 mm e 22,5 mm, a força de compressão diminuiu de 196,34 para 188,59 daN, respetivamente, e a força de relaxamento de 25,72 para 22,35 daN, respetivamente. As tensões de compressão obtidas foram ligeiramente inferiores à tensão média em condições padrão, mas permanecem na mesma região da curva correspondente à densificação da célula.

Relativamente à força máxima de relaxamento (FR, é exercida pela rolha sobre o gargalo da garrafa na inserção), apurou que os valores obtidos foram um pouco inferiores aos obtidos para as condições normais de vedação.

Os valores médios da recuperação do diâmetro da rolha são de 96% em condições normais de vedação. Nos três casos testados, as rolhas recuperaram 97% do seu diâmetro. Isto é um ponto acima da recuperação padrão devido à diminuição da taxa de compressão. A recuperação elástica é muito importante na mecânica das rolhas, e pode ser considerada

uma medida da capacidade de vedação e da impermeabilidade da rolha. Teoricamente, uma recuperação de 97% assegura condições de vedação corretas para os novos diâmetros (gargalo e rolha) (Prades López & Sánchez-González, 2019).

3.4.2.3. Diâmetro ideal da rolha de cortiça para um bom desempenho de vedação do vinho, ao modificar o diâmetro do gargalo: uma primeira abordagem

Em 2020, Sánchez-González *et al.* conseguiram estabelecer um modelo teórico capaz de estabelecer a relação adequada entre diâmetro da rolha, diâmetro do gargalo e taxa de compressão, para garantir uma vedação adequada durante o tempo de armazenamento, obtendo, através da equação 1, a equação 2. RR é a razão entre F_r e F_c .

$$k = \frac{RR}{\frac{(RD \times D_s - D_b)}{(RD \times D_s - ((1 - CR) \times D_s))}} \quad (1)$$

Onde F_r é a força de relaxamento, F_c é a força de compressão; k é o coeficiente de relaxamento, D_s é o diâmetro da rolha, D_b é o diâmetro do gargalo, RD é o diâmetro recuperado e CR é a taxa de compressão. A relação entre F_r e F_c pode ser expresso por meio da relação de relaxamento (RR), equação 2.

$$D_s = \frac{k \times D_b}{RR - RR \times RD - RR \times CR + k \times RD} \quad (2)$$

Portanto, obtiveram, através do modelo matemático conseguido, que para um diâmetro de gargalo de 17 mm, o valor do diâmetro da rolha deve ser de, pelo menos, 20,3 mm, e para um diâmetro de gargalo de 18 mm o valor do diâmetro da rolha deve ser de, pelo menos, 22,3 mm (Sánchez-González, González-Hernández, & Prades, 2020).

3.4.2.4. Comportamento à compressão e tração da cortiça: estudo numérico

Bom (2010) estudou a caracterização mecânica de aglomerados de cortiça, submetendo-os à ação de dois esforços mecânicos principais: compressão e tração. Determinou-se o módulo de Young do aglomerado, com o objetivo de elaborar modelos numéricos à escala microscópica, através dos quais fosse possível determinar o módulo de Young do material constituinte da parede celular que conseguisse representar o módulo de Young do aglomerado.

Obtiveram-se curvas força-deslocamento, associadas ao esforço de compressão, representativas do esperado. Os ensaios realizados com os provetes, após o teste de

compressão, onde foi imposta uma deformação até 80%, recuperaram quase a dimensão inicial, apresentando uma deformação residual média inferior a 7,5%.

Relativamente ao esforço de tração, o módulo de Young determinado foi de, aproximadamente, 17,4 MPa (± 1.3 MPa), que foi superior ao módulo obtido no ensaio de compressão (Bom, 2010).

Quanto à influência que o fator velocidade revela na deformação sofrida pelo aglomerado, constatou que, embora no esforço de tração haja maior diferenciação no que concerne às curvas obtidas, comparativamente ao esforço de compressão, o referido parâmetro não é crucial na obtenção dos resultados (Bom, 2010).

Para o parâmetro coeficiente de Poisson (efeito que a compressão causa, contração ao longo da direção da tensão aplicada (axial) e alongamentos nas direções perpendiculares a ela (lateral) (Rosa, M., & Fortes, 2009)(Lagorce-Tachon, Karbowiak, Champion, Gougeon, & Bellat, 2015)) foram usados três valores: 0; 0,3 e 0,45. O valor correspondente aos melhores resultados é o de 0,45 o que revela que o material constituinte tem um comportamento incompressível semelhante ao comportamento de um elastómero. O valor encontrado vai de encontro às descrições efetuadas no capítulo 2, já que, segundo os autores referidos, o maior componente presente na parede celular é a suberina, cuja percentagem é correspondente a 45 %, sendo responsável pela elasticidade que a cortiça apresenta.

3.4.2.5. Recuperação de rolhas de cortiça usadas

Emília Rosa e Fortes (2009) investigaram a recuperação das dimensões em rolhas de cortiça, aquecidas a temperaturas até 100 °C em água (líquida), vapor de água e ar. Colocou-se ênfase na avaliação da cinética de recuperação e na quantidade de recuperação de longo prazo. As mudanças na massa e temperatura dentro da rolha também foram medidas em função do tempo. Obteve-se um teor de humidade em torno de 6 %, medido com recurso a secagem a 100 °C até massa constante.

Constatou-se que os tratamentos em água (líquido e vapor) provocam um grande aumento de massa devido à absorção de água. Já o aquecimento ao ar a 100 °C causa uma pequena diminuição da massa devido à perda de absorção de água. Portanto, para os tratamentos em água, a mudança de massa aumenta com o aumento da temperatura. Tal facto deve-se a uma taxa mais rápida de absorção de água. Para a mesma temperatura (100 °C) o aumento de massa é maior na água líquida do que no vapor de água. As

mudanças de massa das rolhas não utilizadas são semelhantes às obtidas com as rolhas já utilizadas, para o mesmo meio e duração de tratamento (Rosa, M., & Fortes, 2009).

Em relação aos tratamentos térmicos das rolhas utilizadas com água líquida causam uma expansão do diâmetro que aumenta à medida que a temperatura aumenta, contudo, a expansão do diâmetro é menor no vapor de água em comparação com a água no estado líquido. A expansão do diâmetro das rolhas não utilizadas é menor do que a das rolhas usadas. Comparando a expansão da altura com a expansão do diâmetro das rolhas usadas, a primeira é muito menor do que a segunda, devido à anisotropia de deformação no gargalo da garrafa. As rolhas não utilizadas e não deformadas mostram alterações semelhantes no diâmetro e na altura, sendo a altura maior do que as alterações obtidas para as rolhas usadas. Isso ocorre porque o efeito de Poisson na compressão da rolha usada diminui a altura das rolhas usadas em comparação com a da rolha não usada (Rosa, M., & Fortes, 2009).

A tensão numa rolha de cortiça localiza-se perto da superfície em contacto com o gargalo. Os resultados obtidos nas experiências com rolhas usadas, descritas no trabalho de Rosa & Fortes (2009), mostram que essas rolhas podem recuperar as dimensões das rolhas prontas a usar. A recuperação total é alcançada em poucos minutos quando submetida a água a ferver, e provavelmente deve-se a uma grande diminuição na viscosidade do material da parede celular, causada pela absorção de água (Rosa, M., & Fortes, 2009).

3.4.3. Progressão de vinho pela rolha

A importância de conhecer o fenómeno da absorção, prende-se no facto de alterar o comportamento e propriedades da cortiça, sendo esta um material higroscópico (capacidade de absorver). A informação sobre o assunto é escassa, pelo que se torna crucial o seu estudo. A absorção aumenta o volume da rolha, aumentando a pressão que esta exerce no gargalo, por outro lado, o aumento do teor de humidade diminui o stress de compressão contra o vidro, um efeito que se soma ao dos fenómenos de relaxamento característicos dos materiais viscoelásticos. Do ponto de vista físico-químico, o aumento do teor de humidade deverá aumentar o coeficiente de difusão, facilitando assim a troca molecular entre a matriz (cortiça) e o solvente (vinho) (González-Adrados, et al., 2008).

3.4.3.1. Absorção de vinho pelas rolhas de cortiça e estudos de interação cortiça-vinho

González-Adrados *et. al* (2008) estudaram a absorção de vinho numa rolha natural e numa rolha “1+1” (rolha aglomerada com discos de cortiça natural nas extremidades). baseada em dois fenómenos físicos de progressão do vinho: a) Difusão de fluido através do material; e b) Fluxo de líquido através dos interstícios do tecido, sob a influência de um gradiente de pressão, que pode ser estático ou capilar. O último refere-se ao fenómeno de permeabilidade, ao qual a cortiça é altamente resistente devido à sua composição química e estrutura celular.

A direção de progressão do líquido é perpendicular aos poros das rolhas de cortiça natural, enquanto nas rolhas técnicas “1+1” é paralela aos poros (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

O ensaio decorreu até aos 24 meses, onde se constatou que a absorção foi sempre maior nas rolhas naturais do que nas rolhas “1+1”, tendendo a diferença a aumentar com o tempo de contacto. A menor absorção das rolhas “1+1” é atribuída à sua constituição, uma vez que o adesivo presente funciona como barreira, apesar da presença do disco junto ao corpo do aglomerado (González-Adrados, et al., 2008).

No mesmo ano, Gonzalez-Adrados *et al.* (2008) realizaram os ensaios para estudar a absorção de vinho ao longo do tempo, analisando igualmente o comportamento da rolha natural e rolha “1+1”, e seus acabamentos (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

Os três fatores estudados (tipo de rolha de cortiça, tratamento de superfície e tempo de contacto) mostraram efeitos significativos para ambas as rolhas.

As diferenças de absorção entre as rolhas de cortiça tratadas e não tratadas foram maiores de 12 % em todos os casos, exceto nas rolhas técnicas “1+1” aos 3 meses. A absorção foi consistentemente maior nas rolhas de cortiça natural do que nas rolhas técnicas “1+1”, com diferença a aumentar com o tempo de contacto (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

Apenas a interação entre o tipo de rolha de cortiça e o tempo de contacto foi significativa, devido às diferenças na evolução da migração global em ambos os tipos de rolhas de cortiça. As diferenças entre os dois tipos de rolhas devem ser atribuídas a

diferenças na disposição dos poros e na composição química da parede celular da cortiça e do tecido de enchimento e revestimento das lenticelas (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

O tratamento de superfície reduziu a absorção e produziu um aumento relativamente pequeno da migração global, cerca de 2 mg/rolhas, uma quantidade que parecia permanecer constante e independente do tipo de rolha de cortiça e do tempo de contacto (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

Em conclusão, o comportamento de absorção dos dois tipos de rolha de cortiça diferiu significativamente, no presente estudo. A rolha “1+1” absorveu menos líquido do que a rolha natural e a progressão lateral foi menor. De acordo com a impermeabilidade da cortiça, o escoamento do líquido através das rolhas tem um peso muito reduzido no processo de absorção. Pelo contrário, a progressão do líquido pela interface rolha-vidro e a difusão através das paredes celulares são responsáveis pela evolução do processo de absorção (González-Adrados, et al., 2008) (González-Adrados, González-Hernández, Ceca, Caceres-Esteban, & García-Vallejo, 2008).

3.4.3.2. Propriedades mecânicas da cortiça: efeito da hidratação

Lagorce-Tachon *et al.* também estudaram o efeito da hidratação nas propriedades mecânicas da cortiça, em rolhas naturais, sem lavagem nem qualquer tratamento de superfície. Obtiveram curvas de tensão-deformação típicas para a compressão da cortiça, consistentemente com os já descritos na bibliografia (Lagorce-Tachon, Karbowiak, Champion, Gougeon, & Bellat, 2015).

Relativamente ao módulo de Young, os resultados obtidos foram de encontro ao esperado. Por exemplo, a cerca de 80% humidade relativa (HR) (6,8% água sorvida) os módulos de Young para as compressões radial e tangencial, eram $27,3 \pm 14,4$ MPa e $9,7 \pm 1,7$ MPa e diminuíram para $14,2 \pm 1,3$ MPa e $10,7 \pm 2,0$ MPa a cerca de 97% HR (12,6% água sorvida), respetivamente. O módulo de Young depende significativamente da direção de compressão, com um valor mais elevado em compressão radial, como verificado. A variabilidade da distribuição em número e tamanho das lenticelas nas amostras é parcialmente responsável pelos desvios padrões encontrados na compressão radial. Em contraste, a variabilidade na compressão tangencial foi largamente reduzida.

A fim de visualizar a estrutura celular após os ensaios de compressão, analisaram três amostras de cortiça a 0 %, 53 % e 100 % de HR, por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) antes e depois da compressão.

A 0% HR, as células foram fortemente danificadas após compressão em comparação com outras amostras, com um aparente delaminação (divisão) das paredes das células. A delaminação sugere uma perda de integridade da parede celular. No entanto, após compressão a 53 % HR, houve uma pequena separação visível da parede celular, e a 100 % HR a integridade das paredes celulares pareceu totalmente preservada. O aumento do teor de humidade tende a preservar uma maior mobilidade dentro das cadeias de polímeros, que podem facilmente se reorganizar e, portanto, manter a integridade das paredes celulares e das formas celulares após a compressão.

Relativamente à temperatura de transição vítrea (T_g) observou-se que variava com o teor de humidade. Para a cortiça seca a T_g foi, de facto, muito elevada a 26,5 °C e, diminuiu abruptamente para -8 °C e até -9 °C, perto da saturação (Lagorce-Tachon, Karbowiak, Champion, Gougeon, & Bellat, 2015).

4. Procedimento Experimental

A metodologia adotada para o cumprimento dos objetivos é dividida em duas vertentes: i) metodologia utilizada pela CSP1, sendo o método de referência, e ii) a nova metodologia a ser desenvolvida neste trabalho, tanto para os parâmetros percentagem de recuperação como o de percentagem de absorção. O método de referência é importante no presente trabalho para validação dos valores obtidos pelas novas metodologias.

A estratégia passou por elaborar um plano experimental que permita a análise da recuperação da rolha através de análise de imagem obtida por fotografia com telemóvel. A análise de imagens sucessivas permite medir a expansão da rolha ao longo do tempo. De igual modo, pretendeu-se identificar as condições ótimas para a obtenção do perfil de absorção da rolha através da análise do termograma (gama de temperaturas) da mesma, obtida através de câmara termográfica.

4.1. Materiais/equipamentos e métodos

O plano experimental necessitou dos seguintes materiais/equipamentos:

- Garrafas engarrafadas com vinho tinto do tipo bordalesas;
- Rolhas microaglomeradas com tamanho de grão [0,5 – 2] mm;
- Telemóvel para captação das fotografias;
- Câmara termográfica;
- Programa para processamento da fotografia: ImageJ;
- ExtraLab (equipamento para extração da rolha);
- Rolhadora;
- Saca-rolhas;
- Paquímetro;
- Balança;
- Tripé;
- Estufa;
- Material para cortar a rolha em discos;
- Material corrente.

Com a finalidade de chegar a métodos viáveis para ambos os parâmetros propostos (recuperação dimensional e absorção), dividiram-se as tarefas por partes, como descrito na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Divisão das necessidades para obtenção dos novos métodos a desenvolver.

Designação	Metodologia para avaliação da recuperação diametral da rolha	Metodologia para medição da absorção da rolha
	Parte 1 – Análise da viabilidade do método	Parte 1 – Análise da viabilidade do método
Ensaios prévios	Parte 2 – Otimização do tempo de medição	Parte 2 - Método de referência para obter detalhadamente o perfil de absorção
	Parte 3 – Análise do ângulo de medição da rolha natural	Parte 3 – Ensaios para ganho de sensibilidade da câmara termográfica
Ensaios finais	Parte 4 –Validação e implementação do método	Parte 4 – Definição dos materiais e variáveis
	Parte 5 – Desenvolvimento de uma aplicação	Parte 5 – Ensaios pelo novo método com gama de temperatura fixa e método de referência

Assim, chegou-se ao procedimento a seguir, para cada método, apresentado na Figura 4.1 e Figura 4.2.

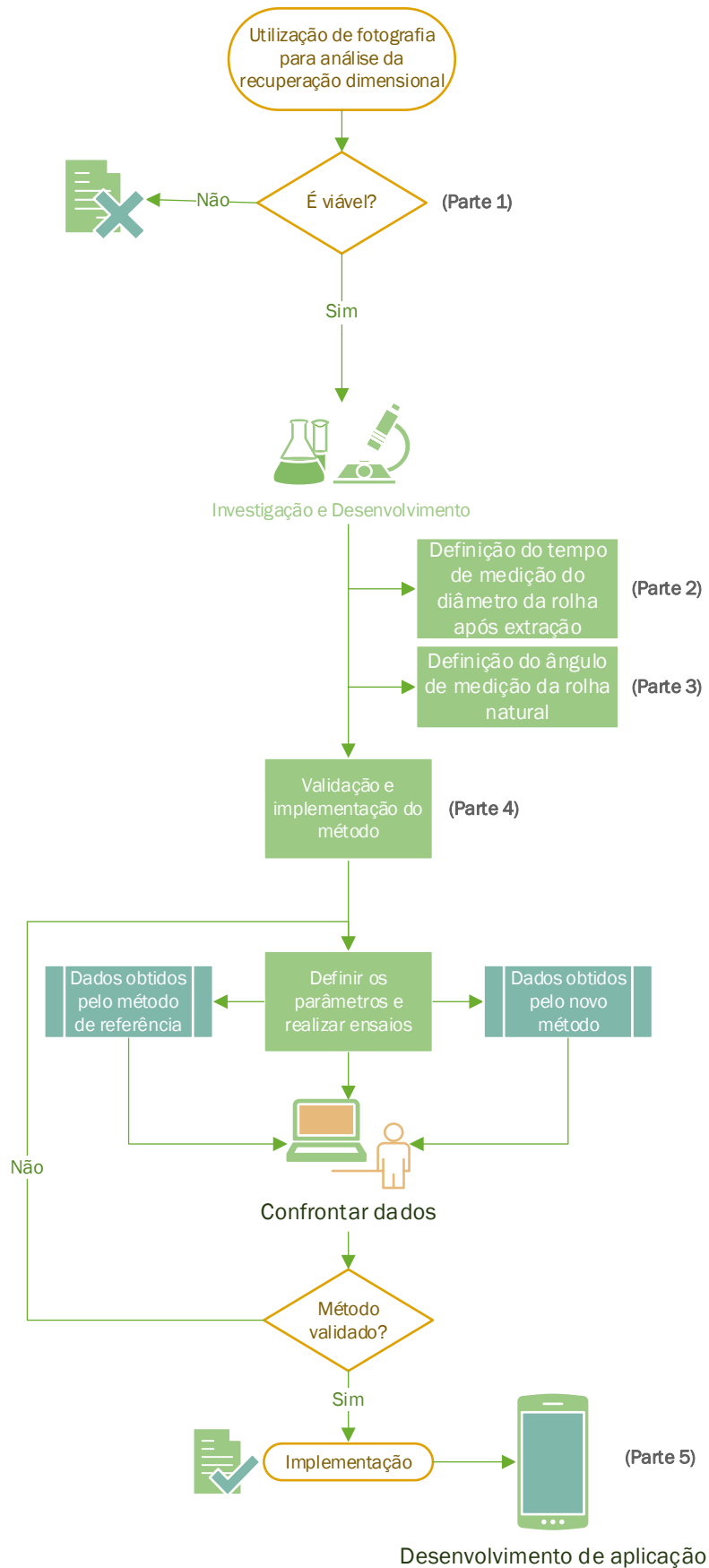


Figura 4.1 – Fluxograma seguido para obtenção do novo método, para a recuperação dimensional da rolha.

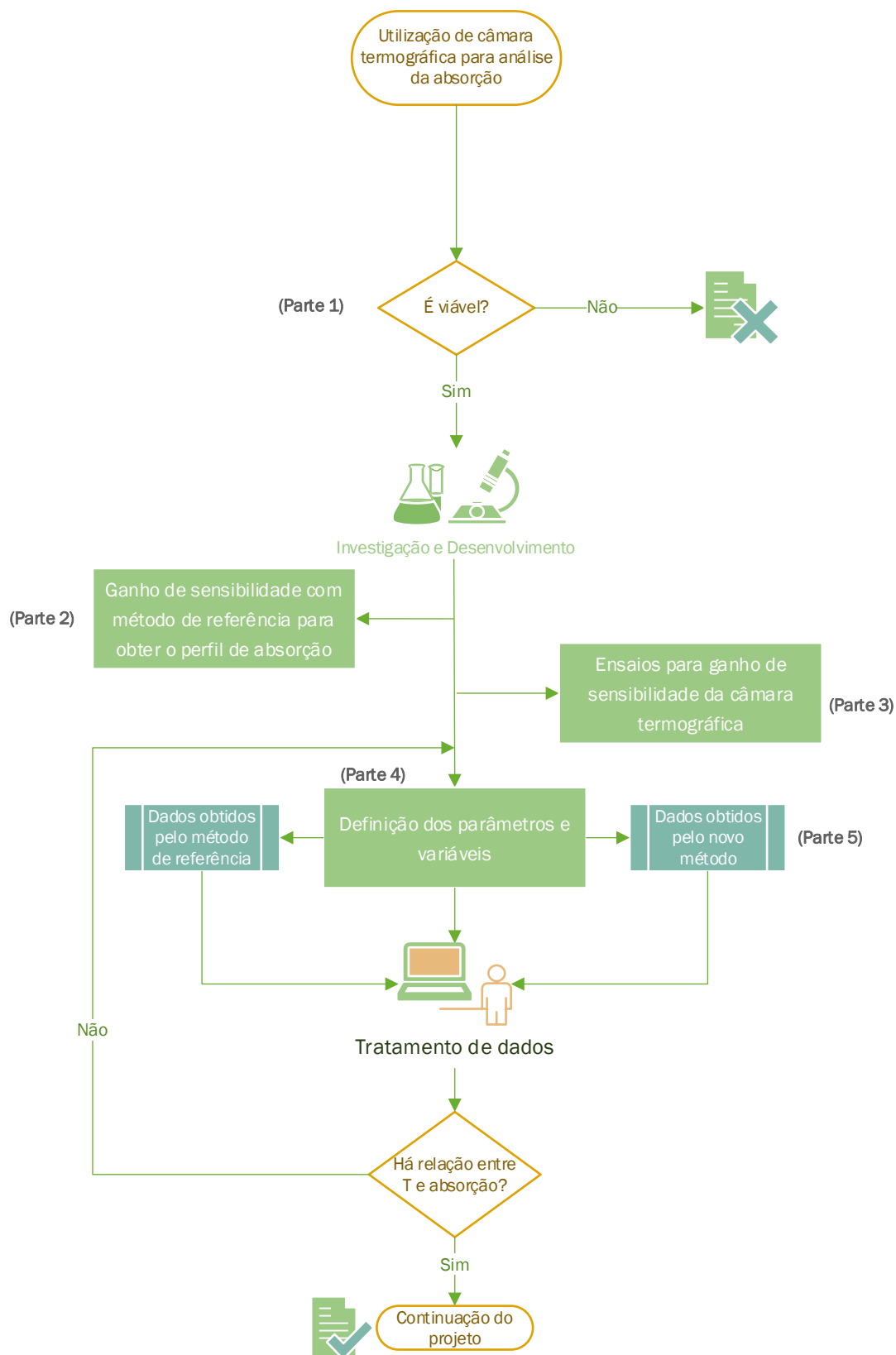


Figura 4.2 – Fluxograma seguido para obtenção do novo método, para a absorção do vinho pela rolha.

4.2. Determinação da recuperação dimensional da rolha

4.2.1. Método de referência

A CSP1 dispõe já de um método para avaliar a recuperação das rolhas após extração da garrafa. O método, adaptado da ISO 9727-4, está representado na Figura 4.3, e descrito ao pormenor no Anexo B1.

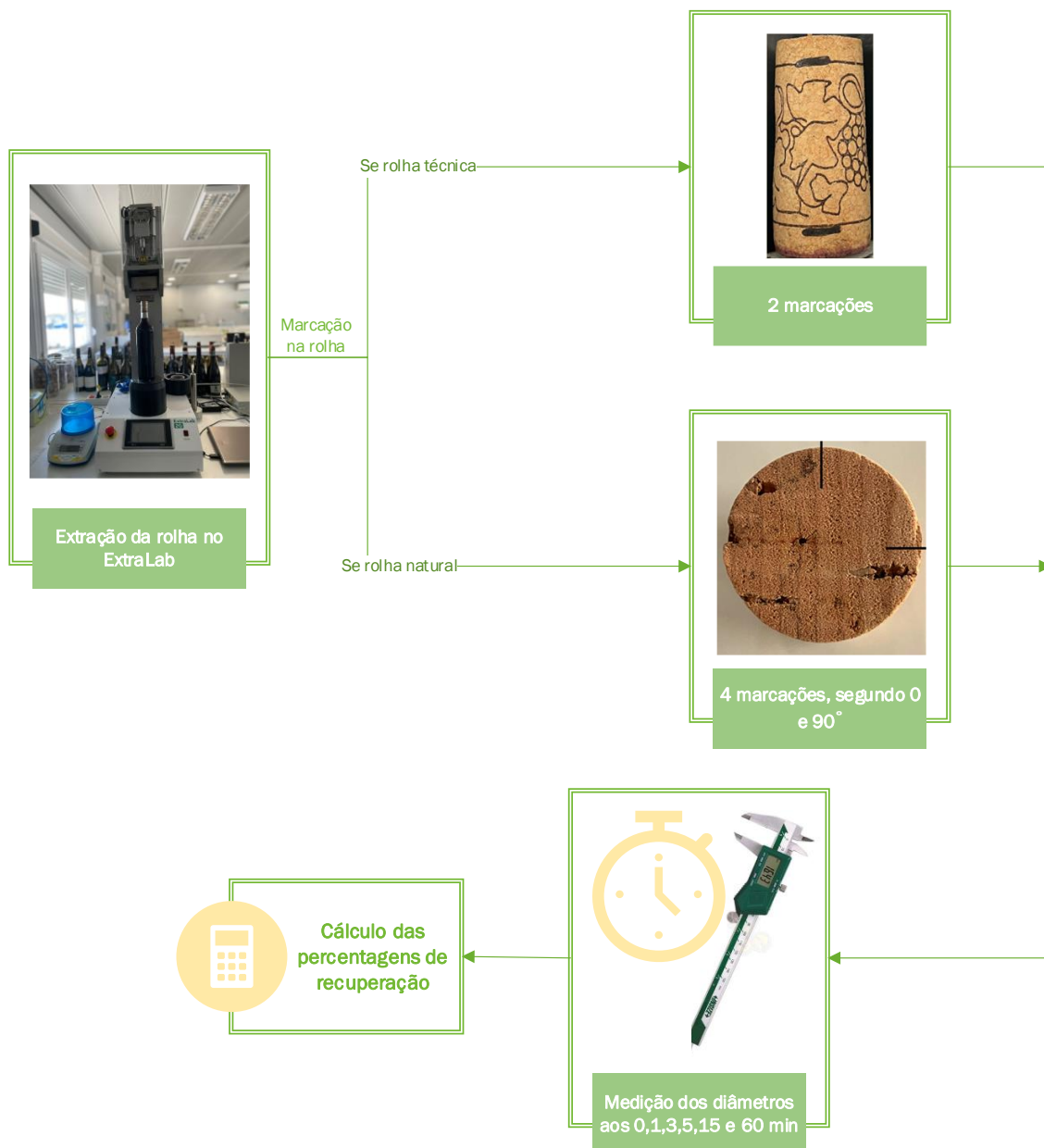


Figura 4.3 – Método de referência para análise das percentagens de recuperação da rolha.

4.2.2. Estratégia para obtenção de nova metodologia para recuperação dimensional

A metodologia em estudo, para a medição da recuperação dimensional da rolha, recorre à leitura dos diâmetros em fotografia, usando um programa de processamento de imagem, neste caso, aplicação *ImageJ*. O procedimento está descrito na Figura 4.4.



Figura 4.4 – Procedimento do novo método de análise da recuperação dimensional da rolha.

O procedimento realizado na análise do diâmetro da rolha, através de fotografia, no ImageJ, está descrito detalhadamente no Anexo B2.

O cálculo da percentagem de recuperação segue a equação 2 descrita no capítulo 3.3, onde D_1 corresponde ao diâmetro inicial, diâmetro *standard* da rolha, sendo no presente trabalho 24 mm, e D_2 o diâmetro final medido em cada tempo.

A obtenção do método seguiu a estratégia definida, dividida por partes, como descrito na Tabela 4.1.

Parte 1 – Análise da viabilidade do método

Foram realizados ensaios com o objetivo de tomada de decisão relativamente a prosseguir com o desenho da metodologia estabelecido.

A recuperação dimensional da rolha foi analisada recorrendo aos dois métodos, o método de referência e o novo método, sobre um total de 18 rolhas rolhadas. As análises seguiram os procedimentos descritos na Figura 4.3 e 4.4.

Para a leitura através de fotografia, foi necessário colocar a rolha num suporte para que esta não se mova e permaneça na mesma posição. Para isso, foi construído um modelo de suporte, com material corrente do I&D (Figura 4.5), de modo a posicionar a rolha e a captura da fotografia, através do telemóvel.



Figura 4.5 – Fotografia da montagem para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.

Parte 2 – Otimização do tempo de medição do diâmetro da rolha após extração

Avaliou-se a necessidade de medição até aos 60 minutos, para perceber eventual perda de informação na redução desse tempo de observação.

Analisou-se a recuperação dimensional de 36 rolhas em garrafa, correspondentes a 6 tipos de rolha diferentes. Para as rolhas do mesmo tipo foi efetuada a média dos valores de recuperação para cada tempo. Para esta análise apenas se efetuou a medição do diâmetro através do método de referência.

Parte 3 – Análise do ângulo de medição da rolha natural

Como já foi referido, a cortiça é anisotrópica (as propriedades variam com a direção), pelo que a medição do diâmetro na rolha natural é efetuada a 0° e 90°, segundo o crescimento da cortiça, em cima e em baixo, ou seja, 6 mm abaixo da extremidade de cima e 6 mm acima da extremidade de baixo, como exemplificado na Figura 4.3 e 4.4, de modo a achar o diâmetro médio. Procedeu-se à comparação da medição do diâmetro da rolha natural a 0° e 90°, com a medição realizada a 45°. A vantagem deste ensaio prende-se em diminuir as 4 medições realizadas, em cada rolha, para 2, caso os resultados demonstrem resultados equivalentes.

Assim, fez-se a análise das recuperações diamétricas a 6 rolhas, pelo método tradicional, medindo os diâmetros a 0 e 90° e, em simultâneo, pela análise a 45°, como demonstrado na Figura 4.6.

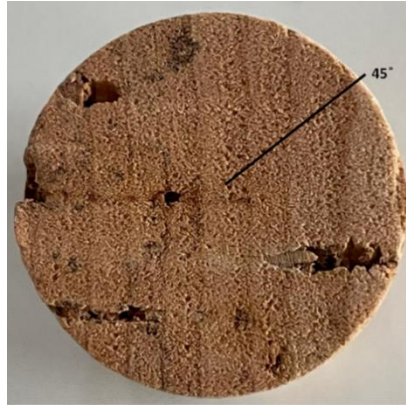


Figura 4.6 – Demonstração do ângulo de medição de 45° numa rolha natural.

Parte 4 – Validação e implementação do método

Realizou-se a análise das recuperações obtidas por ambos os métodos, método que recorre ao paquímetro e novo método (método que recorre à análise de fotografia), num total de 15 minutos em cada ensaio, seguindo os procedimentos descritos em 4.2.1 e 4.2.2.

1ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas para melhorar os parâmetros que permitem a leitura e análise correta

O suporte para colocação da rolha foi elaborado de forma a segurar o telemóvel em pé, apoiado a uma caixa, como verificado na Figura 4.7.



Figura 4.7 – Fotografia da montagem para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.

Experimentou-se o fundo preto, como verificado, de modo a perceber-se se se obteria a imagem com melhor resolução.

O procedimento passou por medição da recuperação através do método de referência e, em simultâneo, pelo método em desenvolvimento, descritos nos subcapítulos 4.2.1 e 4.2.2, havendo a colocação da rolha no suporte em cada tempo a analisar.

2ª etapa – Avaliação da recuperação dimensional a 10 rolhas com aquisição de tripé e otimização de parâmetros

O procedimento passou por medição da recuperação através do método de referência e, em simultâneo, pelo novo método, descritos nos subcapítulos 4.2.1 e 4.2.2.

Captação das fotografias através do telemóvel com utilização de tripé com *ring light* adaptada, à rolha num novo suporte, Figura 4.8.

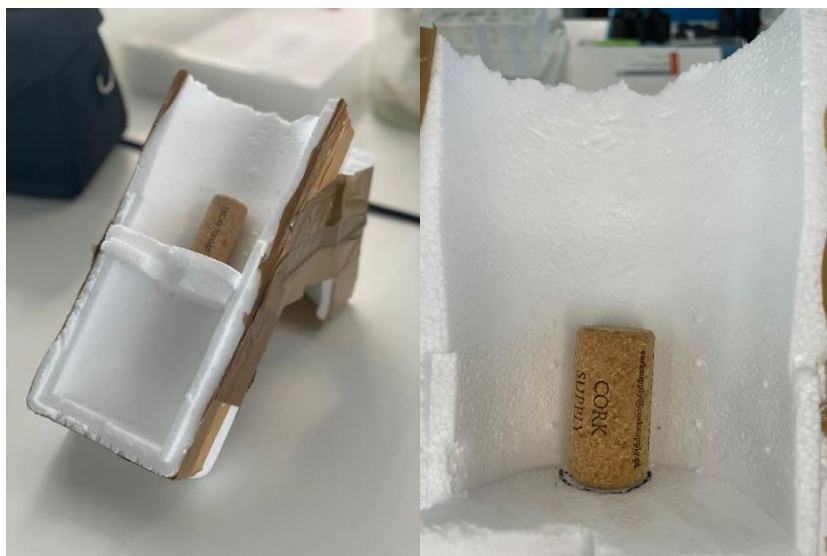


Figura 4.8 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.

3ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas com nova aquisição de parâmetros

O procedimento passou por medição da recuperação através do método de referência e, em simultâneo, pelo novo método, descritos nos subcapítulos 4.2.1 e 4.2.2.

Novo suporte, tirando a fotografia a mais de uma rolha em simultâneo, como demonstrado na Figura 4.9. O fundo do novo suporte foi azul.



Figura 4.9 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.

4ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas apenas com novo método com vista à sua implementação

Os ensaios foram realizados igualmente à etapa 3, exceto o facto de a análise apenas ser realizada pelo novo método.

5ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas com nova otimização de suporte e captação da fotografia

Utilização de novo suporte, com novo fundo, de cor verde, como observado na Figura 4.10. Realizou-se o controlo da recuperação dimensional da rolha pelo novo método e pelo método de referência, apenas ao minuto 0 e ao minuto 15.



Figura 4.10 – Fotografia do novo suporte para obtenção das fotografias, à esquerda, e da imagem obtida, à direita.

6ª etapa – implementação do novo método num controlo da recuperação dimensional do I&D, a 10 rolhas

As análises foram realizadas no suporte da etapa anterior, com fundo azul.

Nesta análise, o diâmetro inicial da rolha, antes de inserção na garrafa, era conhecido, pelo que as percentagens de recuperação são calculadas com o diâmetro inicial real, e não diâmetro *standard* de 24 mm.

4.3. Absorção e perfil de humidade da rolha

4.3.1. Método de referência

A CSP realiza a avaliação da absorção da rolha, através de procedimento que adapta o Método A da Norma 2803-9, como ilustrado na Figura 4.11.

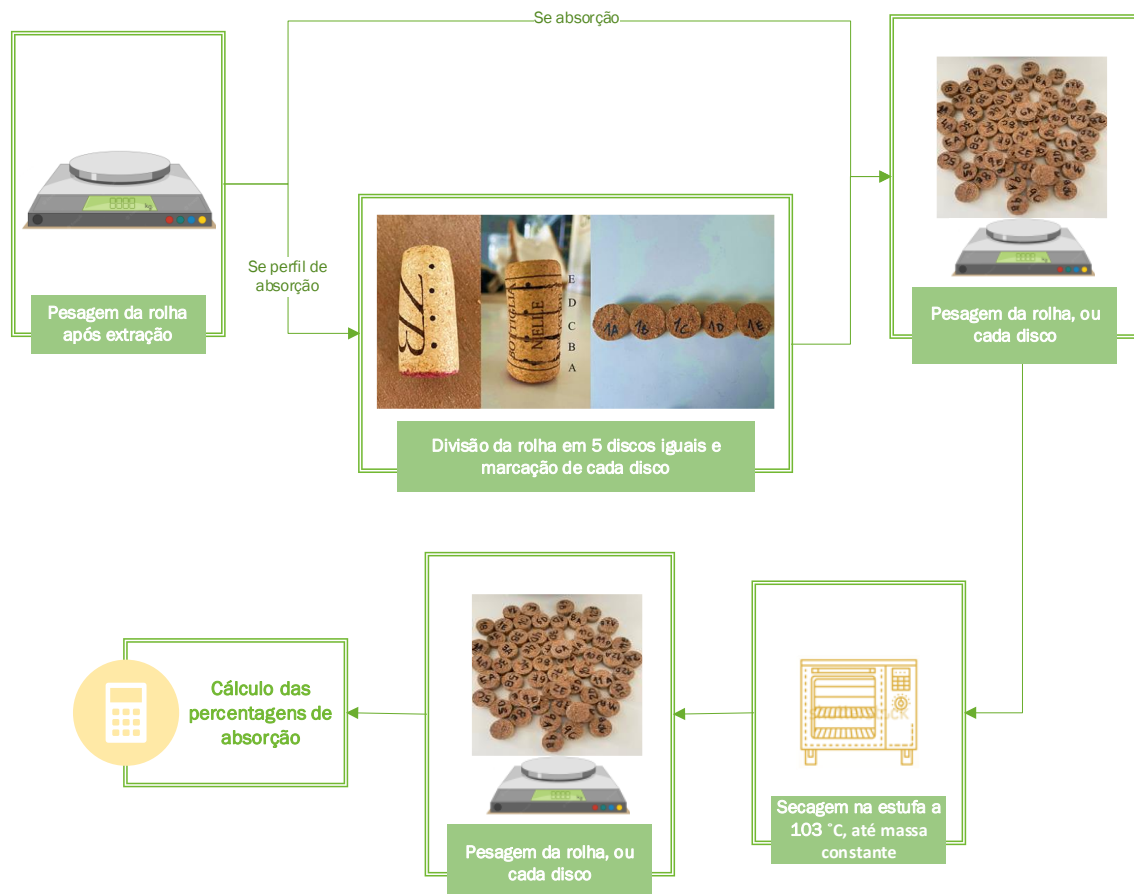


Figura 4.11 – Método de referência para análise das percentagens de absorção da rolha.

O cálculo da percentagem de absorção é realizado segundo a equação 1 descrita no capítulo 3.3.

4.3.2. Estratégia para obtenção de nova metodologia para obtenção de perfil de absorção de vinho

A metodologia em estudo, para a medição da absorção da rolha, passa pela análise do perfil de temperaturas da rolha, através da análise das imagens termográficas obtidas de uma câmara termográfica, tentando, na fase seguinte, correlacionar o perfil de temperaturas obtido com o perfil de impregnação do vinho pela rolha. O procedimento está descrito na Figura 4.12.

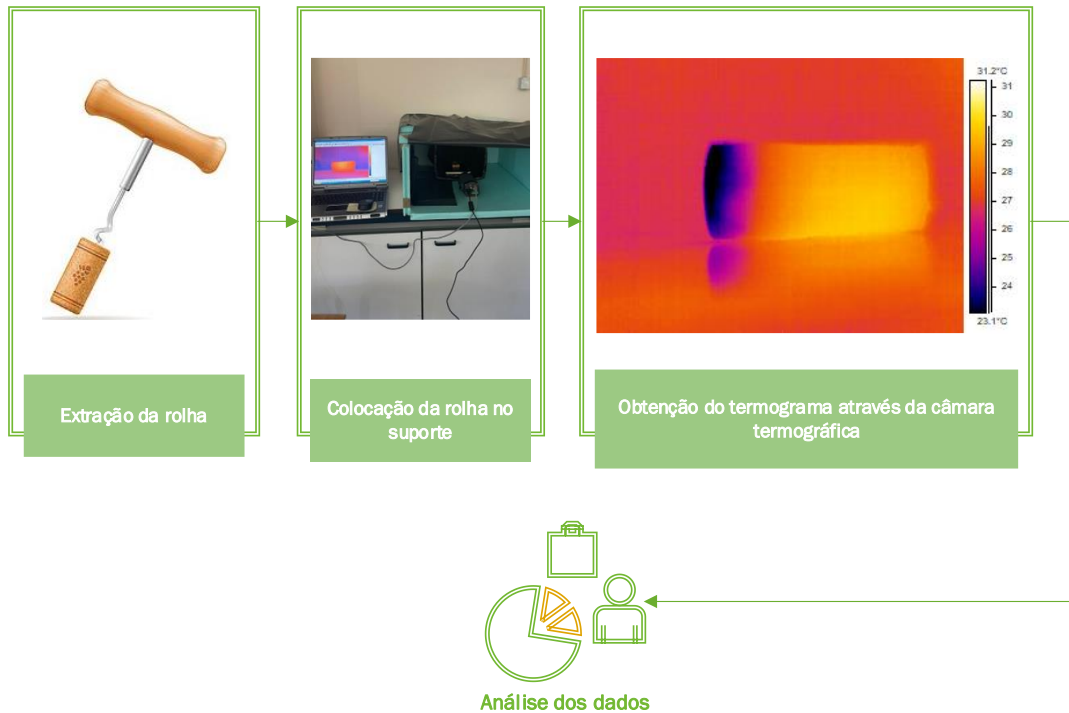


Figura 4.12 – Procedimento do novo método de análise do perfil de absorção da rolha.

Os ensaios de termografia foram realizados no laboratório do Departamento de Engenharia Geotécnica no ISEP. Utilizou-se uma câmara de infravermelhos, marca FLIR, modelo A320 (Figura 4.13), cujas características se encontram na Tabela 4.2.



Figura 4.13 – Câmara FLYR, Série A, modelo 320 (FLIR A 320, 2009).

Tabela 4.2 – Características da câmara FLYR A320 (FLIR A 320, 2009).

Resolução	640 x 480 pixel
Sensibilidade térmica	<0,07, a 5 °C
Gama de temperatura	-20 °C a 120 °C
Precisão de leitura	2 %
Gama do espectro infravermelho	7,5 – 13 μm

Para além destas características, é composta por óticas, mecanismos de varredura e de perceção de calor, mecanismos de arrefecimento dos detetores e mecanismos de processamento de imagem. É assim capaz de fazer correções de transmissão ótica, Correções de temperatura aparente refletida e Correções da transmissão atmosférica.

Apresenta, ainda, uma saída Ethernet/Gigabit Ethernet que oferece uma conexão Plug & Play. O software ThermaCAM Researcher que possui, foi desenvolvido para análises térmicas rigorosas e detalhadas, e oferece funções valiosas de medição e análise tais como a obtenção de isotérmicas, medições de pontos, perfis de linhas, histogramas de áreas, etc., para uma rápida análise de temperaturas. As imagens são em formato JPEG padrão, dados de medição de 16 bits incluídos.

Durante um ensaio termográfico é necessário ter em conta alguns fatores de modo que a leitura seja o mais real possível. Sendo assim, deve saber-se qual a emissividade do objeto a observar, característica que mede a capacidade de um objeto emitir radiação no infravermelho, e está relacionada com a natureza química e com a textura da superfície a inspecionar (por ex.: um material metálico polido tem baixa emissividade, mas em contrapartida material com superfícies rugosas e opacas apresentam elevada emissividade). Outros fatores igualmente relevantes que influenciam esta técnica são a temperatura refletida, a distância, o ângulo de medição e o meio ambiente em que o ensaio é realizado, pois se este for realizado em ambiente aberto deve-se ponderar fatores como a humidade relativa e a radiação solar (Testo, 2009).

Posto isto, à exceção da Parte 1, definiu-se, na câmara termográfica: a emissividade da cortiça, sendo 0,7 (Testo, 2009), permanecendo esta constante; a temperatura ambiente e a humidade relativa que devem ser medidas com equipamento adequado; e ainda a distância da câmara ao objeto a ser medido (parâmetro otimizado nos ensaios), que deve ser a menor possível em relação ao objeto medido.

Após definição destes parâmetros, todos os ensaios, com exceção da Parte 1, foram realizados extraíndo a rolha da garrafa e colocando-a imediatamente no suporte para captar o termograma correspondente. A par do termograma, selecionou-se a área da rolha e obteve-se o histograma respetivo.

A obtenção do método seguiu a estratégia definida no subcapítulo 4.1, dividida por partes.

Parte 1 – Análise da viabilidade do método

Captação de termogramas de rolhas extraídas. Nesta fase, as condições da câmara não foram otimizadas, pelo que os parâmetros como a emissividade e distância da câmara ao objeto foram os que já estavam predefinidos pela câmara.

Relativamente à gama de temperaturas do termograma, utilizou-se o auto ajuste do *software*, que ajusta a temperatura lida consoante as correções que a própria câmara faz.

Parte 2 – Método de referência para obter detalhadamente o perfil de absorção

Em simultâneo com os controlos da recuperação dimensional da rolha, realizaram-se ensaios ao perfil de absorção da rolha, pelo método de referência descrito no ponto 4.3.1. Os ensaios foram realizados a vários tipos de rolhas, de modo a representar rolhas com diferentes absorções, tendo-se, para questões de discussão, agrupado pelo tipo de rolha. No primeiro controlo, avaliaram-se 20 rolhas; no segundo controlo analisaram-se 12 rolhas; e no terceiro e quarto 10 rolhas em cada.

As discussões das absorções obtidas serão realizadas segundo a orientação representada na Figura 4.14.

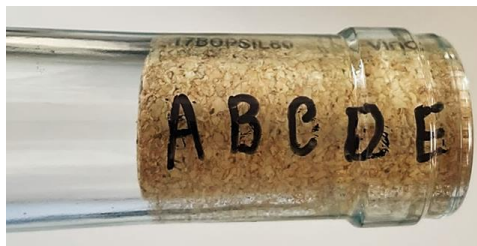


Figura 4.14 – Orientação da rolha para ensaios e tratamento de resultados.

Parte 3 – Ensaio para ganho de sensibilidade da câmara termográfica

Construção da caixa, de modo a proporcionar um ambiente controlado e eliminar possíveis interferências. O material que envolvia a rolha e, portanto, a captação da fotografia, foi o polietileno de baixa densidade, de cor preta.

Deste modo, os ensaios, a partir deste momento, foram realizados segundo a montagem da Figura 4.15 e, como referido na descrição da câmara, com os parâmetros na câmara termográfica definidos, sendo que a distância da câmara ao objetivo definido foi de 19 cm.

Para a obtenção dos termogramas utilizou-se, nesta parte, o auto ajuste do *software*.

A par destes ensaios, realizaram-se os ensaios de absorção pelo método de referência. Foram analisadas um total de 6 rolhas pelos dois métodos, representativas de absorções elevadas.

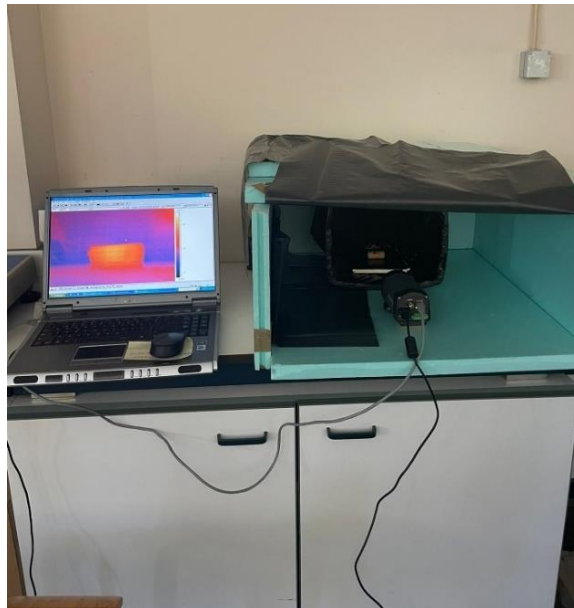


Figura 4.15 – Instalação montada para obtenção dos ensaios de termografia, no ISEP.

Parte 4 – Definição dos materiais e variáveis

Como já referido, a leitura na câmara termográfica é influenciada pela temperatura ambiente. Nesta parte, o objetivo era começar com os ensaios, no entanto, a temperatura ambiente era muito superior à das primeiras análises, pois estava um dia quente e o laboratório não tem um ambiente controlado.

Assim, realizaram-se ensaios tentando eliminar este problema, definindo-se os materiais da caixa e as variáveis adequadas.

Parte 5 – Ensaio pelo novo método com gama de temperatura fixa e método de referência

Os ensaios foram realizados pelos dois métodos em simultâneo. Fixou-se uma gama de temperaturas através de análises prévias de rolhas extraídas, chegando-se à gama de [23,1; 31,2] °C.

Foram extraídas 12 rolhas com diferentes absorções, fazendo-se a leitura com a câmara termográfica, segundo a instalação apresentada na Parte 3, exceto o fundo que passou a ser polietileno de alta densidade, igualmente de cor preta.

5. Resultados e discussão

5.1. Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha por processamento de imagem

Neste subcapítulo irão encontrar-se os resultados obtidos na concretização do método para medição da recuperação diametral da rolha por processamento de imagem, através da análise: da viabilidade do método; da otimização do tempo de medição da recuperação da rolha; da análise do ângulo de medição da rolha natural; e dos ensaios de validação e implementação do método. A par dos resultados encontrar-se-á a respetiva discussão dos resultados. Por último, delinear-se-á a necessidade de, futuramente, criar uma aplicação.

Parte 1 – Análise da viabilidade do método

A média das recuperações obtidas sobre a amostra analisada encontra-se na Figura 5.1, sendo que no Anexo C1 se podem observar os gráficos individuais de cada rolha.

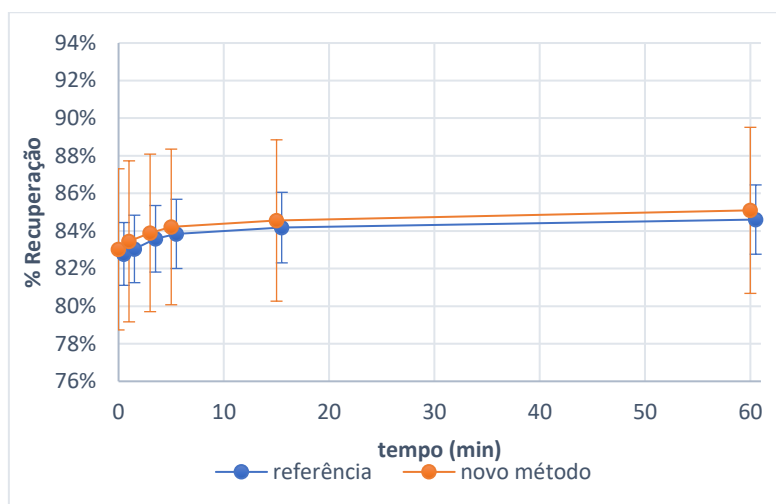


Figura 5.1 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método referência e do método em desenvolvimento.

A representação gráfica da Figura 5.1 mostra a proximidade dos resultados obtidos pelas 2 metodologias, sendo, portanto, promissores à implementação do novo método proposto para avaliação da recuperação diametral.

Mais ainda, foram facilmente identificados parâmetros que permitiriam melhorar a leitura e análise, nomeadamente:

- i) a necessidade de desenvolver um meio de calibração de forma a aferir corretamente a dimensão a medir;

- ii) a aquisição de um tripé e a otimização da sua distância à rolha com vista à implementação do meio de calibração das dimensões;
- iii) a necessidade de um suporte com vista a imobilizar a rolha;
- iv) a otimização da cor do fundo do suporte de forma a obter a melhor resolução da imagem.

Estes meios são analisados na Parte 4, no presente subcapítulo.

Parte 2 – Otimização do tempo de medição

Apesar do método atual considerar medições até 60 min, perspetivou-se a possibilidade de redução do tempo total da análise da recuperação da rolha, caso a informação obtida em tempo menor fosse suficientemente robusta.

Para tal, estudou-se a recuperação ao longo dos 60 min e obtiveram-se as médias das recuperações obtidas, para traçar as curvas da Figura 5.2 à Figura 5.7, da recuperação em função do tempo, para cada tipo de rolha.

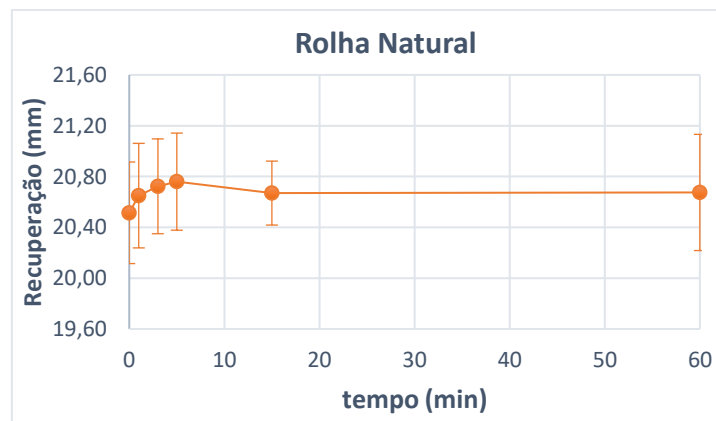


Figura 5.2 – Gráfico do diâmetro de recuperação em função do tempo, para a rolha natural.

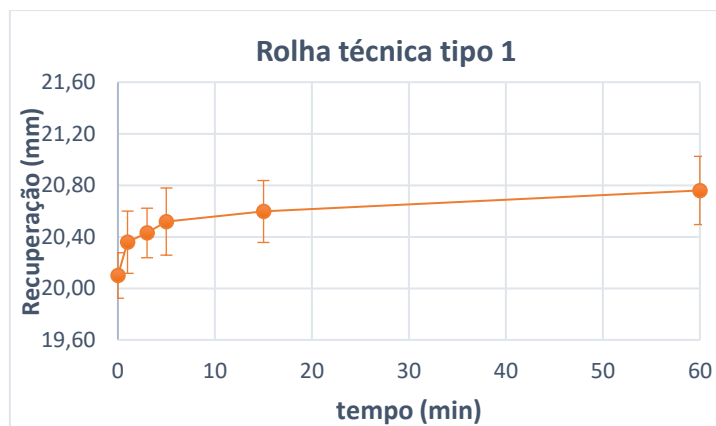


Figura 5.3 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 1.

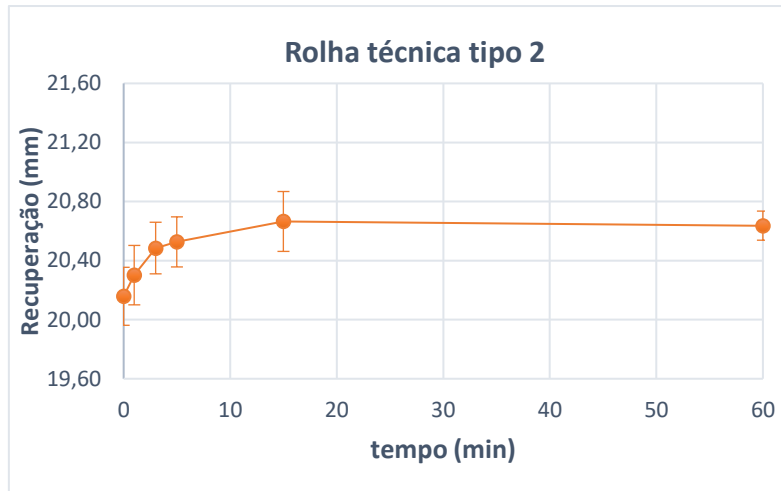


Figura 5.4 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 2.

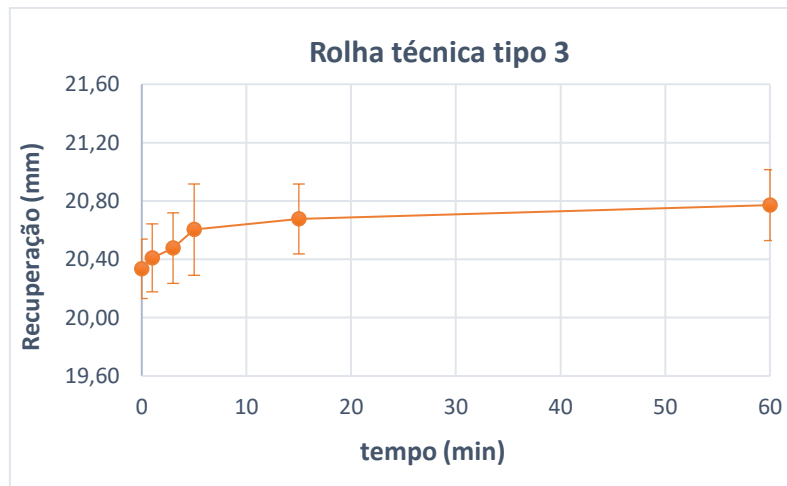


Figura 5.5 – Gráfico do diâmetro de recuperação em função do tempo, para a rolha técnica tipo 3.

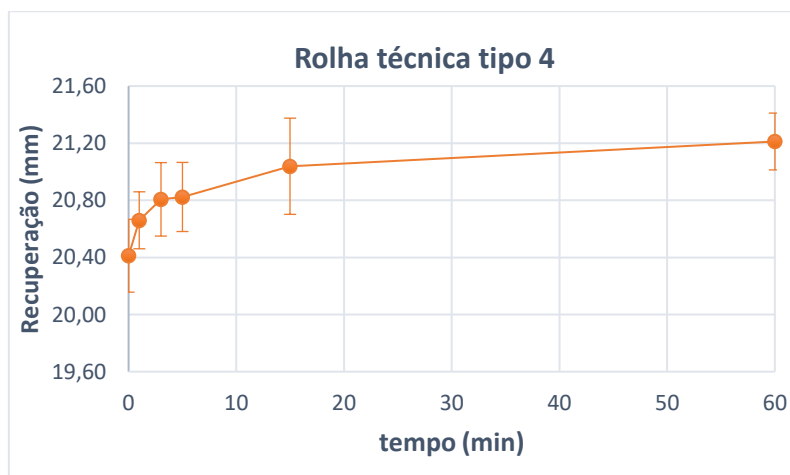


Figura 5.6 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 4.

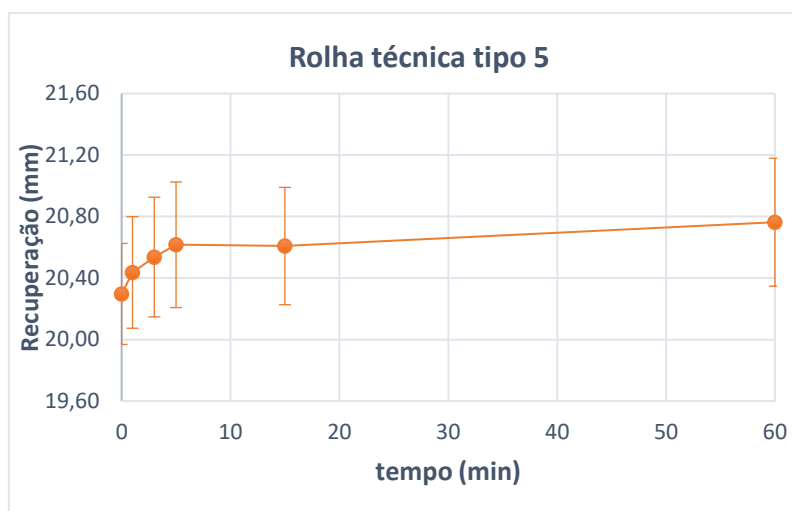


Figura 5.7 – Gráfico do diâmetro de recuperação da rolha, em função do tempo, para a rolha técnica do tipo 5.

Para todo o tipo de rolhas estudadas, constata-se que a maior recuperação é obtida até aos 5 minutos após extração, sendo que ainda há uma recuperação pronunciada dos 5 aos 15 minutos. Após os 15 min, a recuperação assume um comportamento linear e tende a estabilizar, excetuando alguns casos cuja discrepância se associou a erros no método de medição.

Observa-se ainda a necessidade de uma análise mais minuciosa. Assim, agrupou-se a recuperação em intervalos de tempo: [0-5]; [0-15]; e [0-60] min. Avaliou-se a recuperação em mm, realizada em cada intervalo, convertendo os valores dos dados em μm , uma vez que se trata de valores muito pequenos. Os valores obtidos estão expostos na Tabela 5.1. No Anexo C2 encontra-se um exemplo de cálculo.

Tabela 5.1 – Recuperação diametral das rolhas natural e técnica, em μm , obtida para o total de 5, 15 e 60 minutos de análise.

Rolha	Comparação da recuperação até 5, 15 e 60 (μm)			
	(t=5) - (t=0)	(t=15) - (t=0)	(t=60) - (t=0)	
Natural	245	155	160	
Técnica	Tipo 1	418	497	660
	Tipo 2	368	507	478
	Tipo 3	268	342	437
	Tipo 4	412	627	800
	Tipo 5	320	312	467

À partida, com os valores obtidos, em alguns dos casos a recuperação obtida até aos 60 minutos não foi estatisticamente significativa da obtida até aos 15 minutos. No entanto, é necessário avaliar estas diferenças, levando à tomada de decisão.

Numa primeira fase, tendo em conta o comportamento da recuperação em função do tempo, recorreu-se à aproximação linear em 3 porções, entre os 0 e 5 minutos, 5 e 15 minutos e 15 e 60 minutos, onde o declive da reta correspondente à velocidade da recuperação, milímetros de recuperação por minuto (Tabela 5.2). Sendo esperada uma diminuição do declive ao longo do tempo, isto é, aproximando-se do 0, o que significa que se está próximo da ausência de recuperação.

Tabela 5.2 – Velocidades de recuperação obtidas para os intervalos [0-5] min, [5-15] min e [15-60] min, para as rolhas técnicas.

Rolha		$v_{recuperação,5}$ (mm/min)	$v_{recuperação,15}$ (mm/min)	$v_{recuperação,60}$ (mm/min)
Natural		0,0448	-0,0090	0,0001
Técnica	Tipo 1	0,0730	0,0078	0,0036
	Tipo 2	0,0730	0,0138	-0,0006
	Tipo 3	0,0510	0,0073	0,0021
	Tipo 4	0,0760	0,0215	0,0039
	Tipo 5	0,0600	-0,00003	0,0034

Constata-se que a velocidade de recuperação após 15 minutos é 11 a 28 % inferior à velocidade de recuperação nos primeiros 5 minutos, enquanto a velocidade de recuperação entre os 15 e os 60 minutos é inferior entre 4 e 6 % à velocidade de recuperação até aos 5 minutos, que corresponde à diminuição da recuperação nesse tempo, aproximando-se de 0. Conclui-se que a análise da recuperação diametral deve ser realizada apenas até aos 15 minutos.

Os valores negativos obtidos não têm significado real para o estudo, pelo que se associam a erros relacionados ao método de medição.

Relativamente ao total de recuperação obtida após 60 minutos, analisou-se a quantidade de recuperação que se obteve até aos 15 minutos, Tabela 5.3.

Tabela 5.3 – Razão entre a recuperação obtida até aos 15 minutos e a recuperação total, para cada rolha.

Rolha		$\frac{recuperação_{15}}{recuperação_{60}}$
Natural		81 %
Técnica	Tipo 1	75 %
	Tipo 2	116 %
	Tipo 3	74 %
	Tipo 4	75 %
	Tipo 5	65 %

Pelo menos 65 % da recuperação já é obtida passados 15 minutos, rolha técnica tipo 5. Pelos resultados obtidos, constata-se a possibilidade na redução do tempo de análise de 60 minutos para 15 minutos, conseguindo-se assim realizar os ensaios de uma forma mais expedita, com perda de detalhes inferior a 0,28 mm de recuperação.

Parte 3 – Análise do ângulo de medição da rolha natural

Apesar do método atual considerar 4 medições, perspetivou-se a possibilidade de redução do número de pontos medidos a 2, caso os resultados demonstrem resultados equivalentes.

A média dos valores obtidos dos diâmetros e respetivos desvio-padrão, recolhidos com os 2 métodos, representam-se na Figura 5.8.

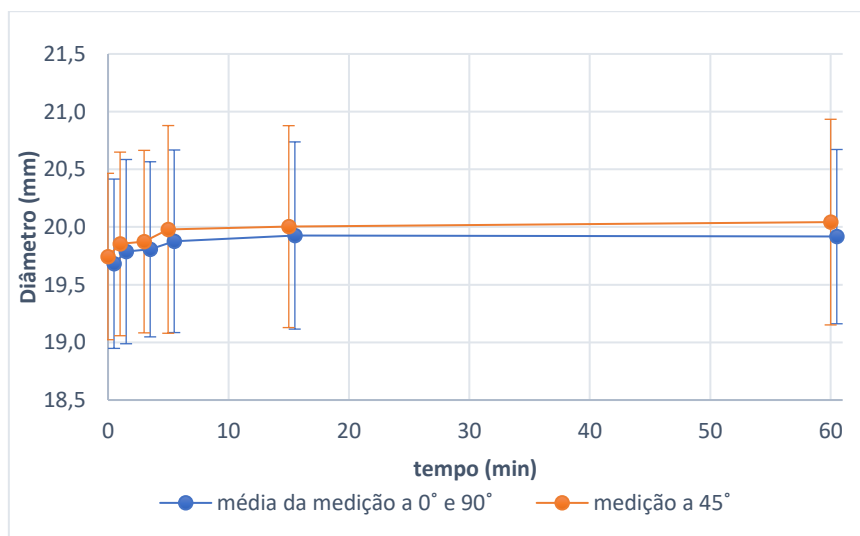


Figura 5.8 – Gráfico dos diâmetros de recuperação obtidos, em função do tempo, da média das 6 rolhas, obtidas a partir da medição aos 45° e média dos 0° e 90°.

Como verificado, a diferença obtida não é suficiente para se considerar necessária a realização da média da medição de dois ângulos (0° e 90°) ao invés de um (45°).

De forma a corroborar os resultados, realizou-se um estudo estatístico no programa Minitab. Recorreu-se ao teste t de *Student*, um teste de hipótese utilizado para avaliar se há diferença significativa entre as médias de duas amostras. Neste caso, a primeira hipótese é as médias não serem diferentes e a segunda hipótese serem diferentes, e as amostras foram as médias das recuperações obtidas a partir da medição aos 45° e média da medição aos 0° e 90°. Desta forma, fez-se o teste em cada tempo, com um nível de confiança de 95 % (valor p = 5 %) como é exemplo a Figura 5.9, correspondente à recuperação ao tempo 0, encontrando-se os restantes no Anexo C3.

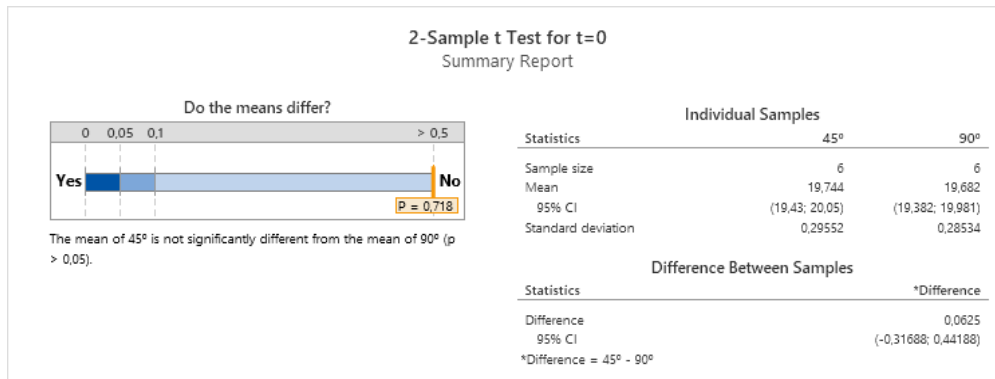


Figura 5.9 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 0, para os dois métodos.

Através do teste estatístico, concluiu-se que nenhum ponto era diferente, constatando-se que a medição dos diâmetros sob os dois ângulos revela o mesmo resultado de diâmetro medido a 45°, implementando-se a redução do número de pontos medidos a 2.

Parte 4 – Validação e implementação do método

1ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas para melhorar os parâmetros que permitem a leitura e análise correta

Estudou-se alguns dos parâmetros que permitiriam melhorar a leitura e análise, constatados na Parte 1, nomeadamente a necessidade de desenvolver um meio de calibração de forma a aferir corretamente a dimensão a medir; a necessidade de um suporte com vista a imobilizar a rolha; e a otimização da cor do fundo do suporte de forma a obter a melhor resolução da imagem. Assim, com os parâmetros anteriormente descritos otimizados, definiu-se o novo método. Através da análise da recuperação em função do tempo, obtida pelos dois métodos, obteve-se as curvas expostas na Figura 5.10.

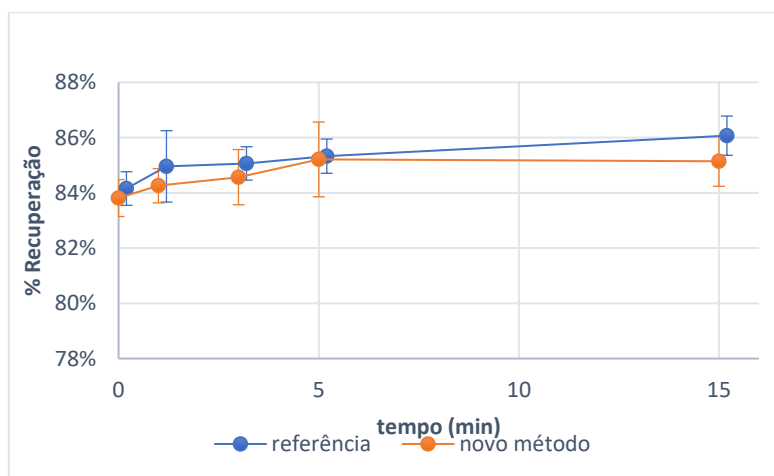


Figura 5.10 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método referencia e do novo método, da média das 10 rolhas analisadas.

Verifica-se que as condições implementadas no método a desenvolver ainda não levam a leituras dos diâmetros e, portanto, a resultados, suficientemente satisfatórios.

Foi ainda possível detetar os parâmetros que contribuíram para esse erro, nomeadamente:

- i) posicionamento errado da rolha no suporte, entre os diferentes tempos de análise da recuperação da rolha, resultando numa leitura errada;
- ii) a mudança da cor do fundo de branco para preto não conduziu a uma melhor resolução da imagem, não melhorando a leitura da recuperação no processamento de imagem.

De forma confirmar se o posicionamento da rolha era o parâmetro que mais afetou os resultados, analisou-se a recuperação a uma rolha exclusivamente pelo novo método, garantindo que a esta permanecia na mesma posição ao longo de todo o ensaio, tendo-se obtido o gráfico da Figura 5.11.

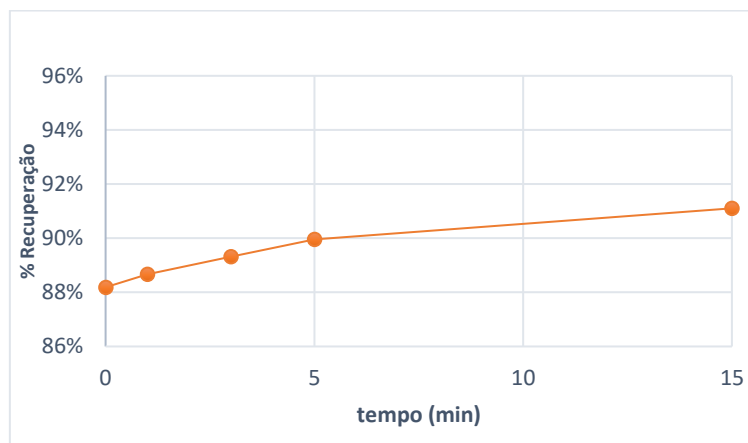


Figura 5.11 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do novo método, para a rolha.

Constata-se que com a otimização deste parâmetro se obtém o comportamento normal da recuperação diametral da rolha.

2ª etapa – Avaliação da recuperação dimensional a 10 rolhas com aquisição de tripé e otimização de parâmetros

A Figura 5.12 representa as curvas resultantes da análise da recuperação em função do tempo, produto da implementação de um tripé para posicionamento e fixação do telemóvel para obtenção da fotografia, cuidado com o posicionamento da rolha no suporte e ainda a cor de fundo branca.

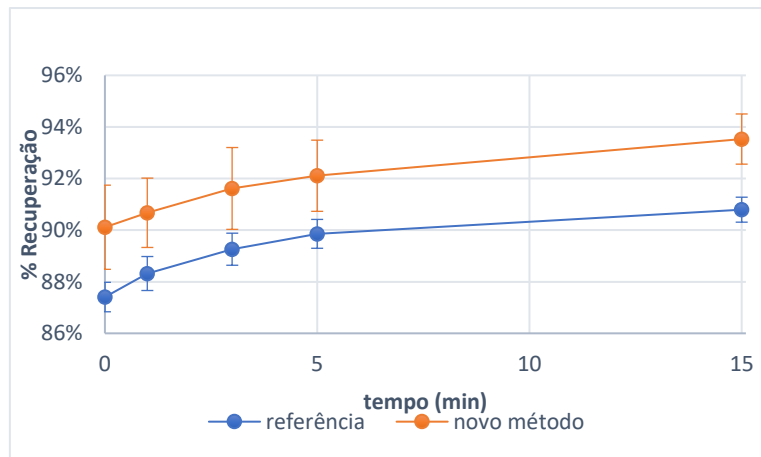


Figura 5.12 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e novo método, da média de 10 rolhas analisadas.

Verificaram-se melhores resultados em comparação com a 1ª etapa, tanto na obtenção de desvios menores como no comportamento da recuperação, como verificado na Figura 5.12.

No entanto, identificou-se a necessidade de refazer o suporte para estabilizar o posicionamento, colocação e recolocação da rolha, de forma que este fique imobilizado, uma vez que este fator resultou numa maior recuperação obtida pelo método em desenvolvimento.

3ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas com nova otimização de parâmetros

A Figura 5.13 representa as curvas resultantes da análise da recuperação em função do tempo, fruto da otimização da cor do fundo do suporte em azul e da transformação do suporte tornando-o estático.

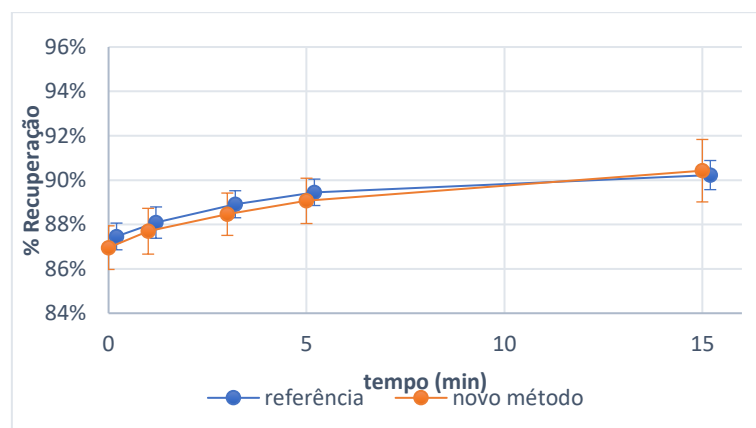


Figura 5.13 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e pelo novo método, da média das 10 rolhas analisadas.

A representação gráfica da Figura 5.13 mostra quase a sobreposição dos resultados obtidos pelas 2 metodologias, bem como a grande diminuição dos desvios encontrados pelo novo método, considerando-se, portanto, validado o novo método proposto para avaliação da recuperação diametral.

O fundo azul foi o que, nesta fase, levou a uma melhor resolução da fotografia, resultando numa melhor leitura do diâmetro no programa de processamento de imagem. Na Figura 5.14 encontra-se a comparação da resolução obtida para o ensaio correspondente à rolha 1, no controlo realizado na 3ª etapa à esquerda e na 2ª etapa à direita.



Figura 5.14 – Comparação das resoluções obtidas através de fundo azul, à esquerda, e fundo branco, à direita.

4ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas apenas com novo método com vista à sua implementação

Os gráficos apresentados na Figura 5.15 e Figura 5.16 correspondem ao controlo da recuperação realizado a dois conjuntos de rolhas diferentes.

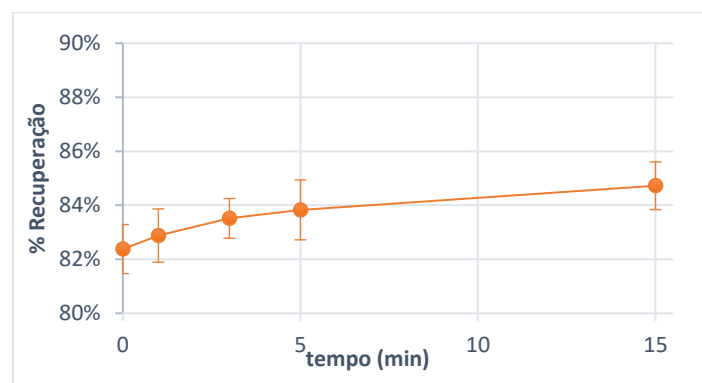


Figura 5.15 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, da média das 5 rolhas analisadas do conjunto 1, obtido através do novo método.

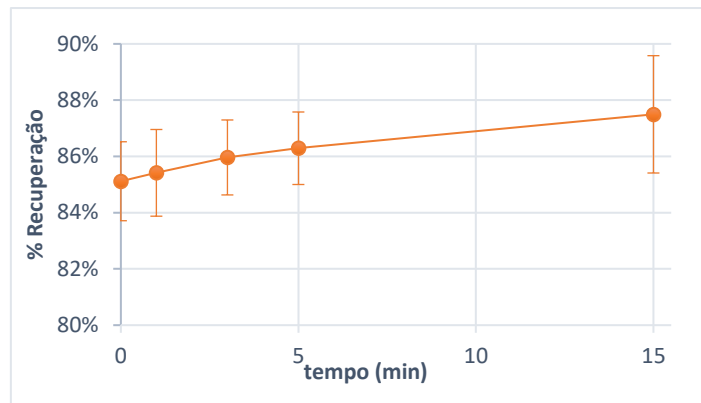


Figura 5.16 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, da média das 5 rolhas analisadas do conjunto 2, obtido através do novo método.

Constata-se que que na Figura 5.15 os resultados foram de encontro ao esperado. Na Figura 5.16 ao tempo 15, obteve-se um maior desvio, resultado de erro de leitura de uma das rolhas no controlo, que obteve uma percentagem de recuperação de 84 %, quando aos 5 minutos já tinha atingido 86 %, não tendo significado real para o estudo.

Tentou-se perceber qual o motivo que possa estar na origem deste erro, através da verificação das fotografias obtidas em cada tempo, Figura 5.17.



Figura 5.17 – Fotografias captadas de uma das rolhas analisadas, aos 5 minutos, lado esquerdo, e aos 15 minutos, lado direito.

Verifica-se que aos 15 minutos reposicionou-se a rolha do lado oposto ao lado em que foi posicionada aos 5 minutos, fator suficiente para resultar em erros de leitura. A perspetiva da fotografia também está errada, tem de estar posicionada de forma a visualizar uma reta nas extremidades e, neste caso, a extremidade de baixo é vista arredondada. Tal facto resulta numa calibração inadequada do processamento de imagem, uma vez que, ao longo da rolha, com o aproximar da extremidade de baixo, o diâmetro

altera-se devido ao facto de a fotografia “esticar” a zona da mesma que não estava no mesmo ângulo da câmara, igualmente visível na Figura 5.17.

Deste modo, surge a necessidade de garantir que a rolha se posicione exatamente no mesmo ângulo da câmara, no centro da captação da fotografia, de forma a visualizar-se a rolha como um retângulo.

5ª etapa – controlo da recuperação dimensional a 10 rolhas com nova otimização de suporte e captação da fotografia

Ambicionando-se eliminar a interferência resultante da perspectiva da captação da fotografia, fez-se um controlo com método de referência apenas ao minuto 0 e ao minuto 15 (para não retirar a rolha do suporte ao longo do ensaio), e pelo método em desenvolvimento, tendo em consideração o posicionamento da rolha.

A Figura 5.18 apresenta as curvas obtidas da recuperação em função do tempo, obtidas a partir dos dois métodos.

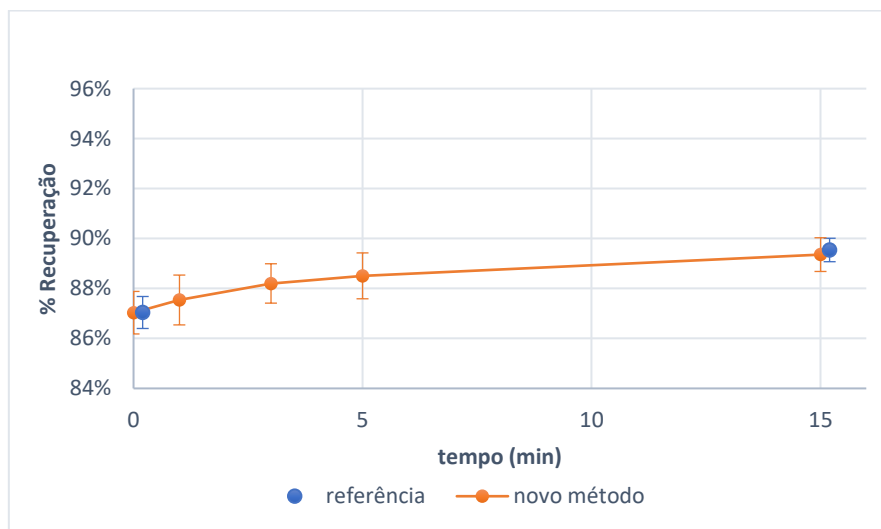


Figura 5.18 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método tradicional, aos 0 e 15 minutos, e recorrendo à fotografia, da média das 10 rolhas analisadas.

Os resultados foram concordantes e de encontro ao comportamento esperado para a recuperação diametral da rolha, ao longo do tempo, tendo-se eliminado as interferências inerentes à captação da fotografia.

Inferiu-se ainda que:

- i) ao analisar duas rolhas em simultâneo no suporte, foi necessário calibrar a rolha nas duas posições, pois ao calibrar a rolha de um dos lados, no lado

adjacente a este, devido à perspetiva da fotografia, já não verificava as mesmas medidas;

- ii) o melhor fundo utilizado foi o de cor azul, uma vez que ao tirar a fotografia, o melhor plano de fundo é aquele que não apresenta no seu espaço de cor RGB, a cor do objeto que se pretende fotografar. A cor verde não foi a melhor pois é uma das cores mais presentes na cortiça, a azul é a menos presente.

Na Figura 5.19 encontra-se a comparação da resolução obtida para o ensaio correspondente à rolha 1, no controlo realizado com fundo verde na 4^a etapa à esquerda e com fundo azul na 5^a etapa à direita.

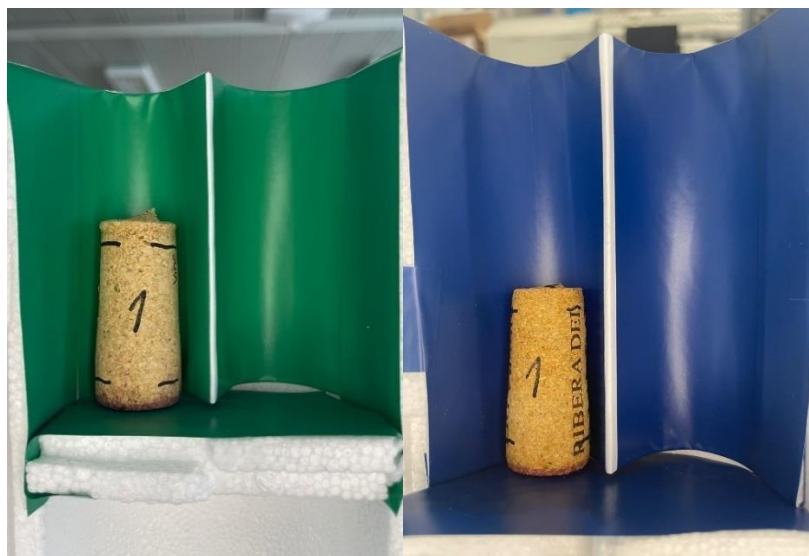


Figura 5.19 – Comparação das resoluções obtidas através de fundo verde, à esquerda, e fundo azul, à direita.

De modo a perceber a evolução da obtenção do novo método que recorre à fotografia para análise do diâmetro, calculou-se a diferença entre o diâmetro obtido através do novo método ($D_{\text{novo método}}$) e o obtido através do método de referência ($D_{\text{método ref.}}$), em mm, para cada tempo, ou seja, $D_{\text{novo método}} - D_{\text{método ref.}}$.

Reuniram-se os resultados obtidos, para cada etapa, que podem ser observados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Diferença dos diâmetros obtidos através do novo método, subtraindo os diâmetros obtidos a partir do método de referência, para cada etapa.

Tempo	$t = 0$	$t = 1$	$t = 3$	$t = 5$	$t = 15$
1ª etapa	$-0,08 \pm 0,25$	$-0,17 \pm 0,37$	$-0,12 \pm 0,24$	$-0,03 \pm 0,33$	$-0,22 \pm 0,23$
2ª etapa	$0,65 \pm 0,38$	$0,57 \pm 0,27$	$0,57 \pm 0,32$	$0,54 \pm 0,32$	$0,66 \pm 0,23$
3ª etapa	$-0,12 \pm 0,16$	$-0,09 \pm 0,11$	$-0,11 \pm 0,15$	$-0,09 \pm 0,15$	$-0,05 \pm 0,13$
5ª etapa	$0,00 \pm 0,19$				$-0,04 \pm 0,13$

Constatou-se que diferenças nos diâmetros obtidos pelos dois métodos foram reduzindo, bem como os respetivos desvios-padrão. Na 2ª etapa, as diferenças são mais elevadas e sempre positivas, dado que nessa fase, erros derivados do suporte causaram leituras de diâmetros superiores aos diâmetros obtidos através do método de referência.

Na 5ª etapa, conseguiu-se uma diferença de 0,00 e -0,04 mm, o que é excelente, mesmo com desvios, uma vez que o objetivo do novo método não é obter exatamente os mesmos valores do método de referência, mas sim diminuir possíveis erros e manipulação que poderão estar associados a este.

Finalizada a validação do método, o passo seguinte foi, através do programa AutoCAD, elaborar o desenho técnico, do suporte final para a sua aquisição, ilustrado na Figura 5.20.

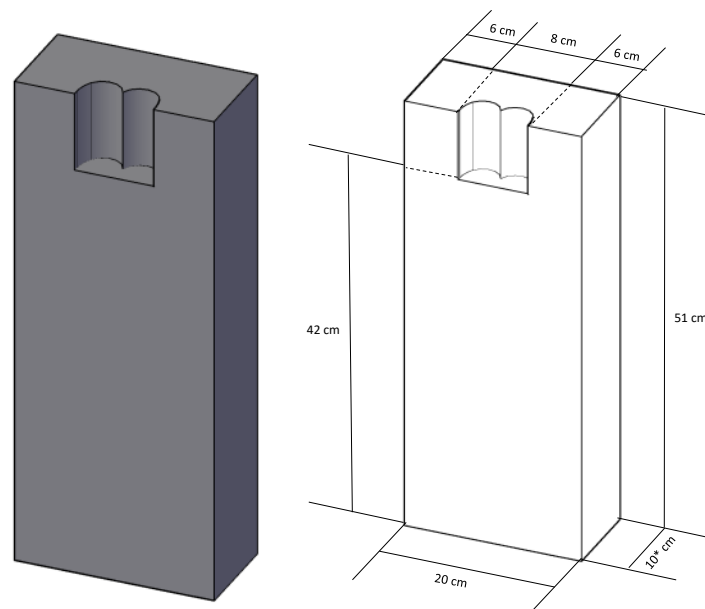


Figura 5.20 – Desenho técnico do suporte final para a rolha, à esquerda, e com as medidas, à direita.

6ª etapa – implementação do novo método num controlo da recuperação dimensional do I&D, a 10 rolhas

Otimizados todos os parâmetros, implementou-se finalmente o novo método num controlo da recuperação da rolha, em função do tempo, obtendo-se a curva da Figura 5.21.

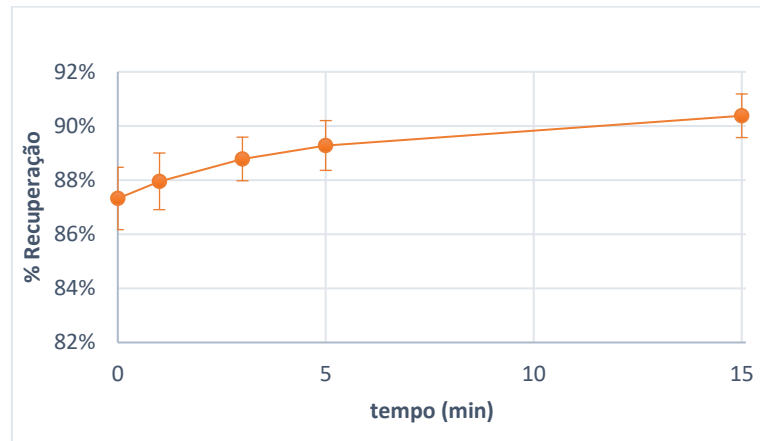


Figura 5.21 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do novo método, da média das 10 rolhas analisadas.

Conseguiu-se o comportamento esperado das percentagens de recuperação ao longo do tempo, obtendo-se assim resultados bastante satisfatórios.

Parte 5 – Desenvolvimento de uma aplicação para o *smartphone*

De modo a tornar o método realmente expedito e preciso, o passo seguinte seria o desenvolvimento de uma aplicação, tendo em vista a aquisição automática da recuperação dimensional. A aplicação teria de ser capaz de:

- Cronometrar o tempo de análise de cada rolha;
- Captar a fotografia em cada tempo: aos 0, 1, 3, 5 e 15 minutos;
- Guardar a fotografia associando-as aos tempos e à respetiva rolha, isto é, ser capaz de, no momento da captação da fotografia, nomeá-la;
- Incorporar um programa de processamento de imagem;
- Delinear a rolha e ser capaz de fazer a análise do diâmetro;
- Calcular a recuperação.

De forma a tornar possível o desenvolvimento da aplicação num trabalho futuro, foi descrito detalhadamente as funcionalidades necessárias da mesma, no Anexo C4.

5.2. Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica

Neste subcapítulo irão encontrar-se os resultados obtidos na concretização do método para medição do perfil de absorção do vinho pela rolha por análise de perfil de temperaturas obtidas através de termogramas, através da análise: da viabilidade do método; da realização de ensaios pelo método de referência; ensaios para ganho de sensibilidade da câmara termográfica; da definição dos materiais e variáveis; e ensaios recorrendo aos 2 métodos, método de referência e método a desenvolver. A par dos resultados encontrar-se-á uma relação entre as temperaturas obtidas no termograma e o perfil de absorção ao longo da rolha.

Parte 1 – Análise da viabilidade do método

Na Figura 5.22 encontra-se um dos termogramas obtidos de rolha extraída.

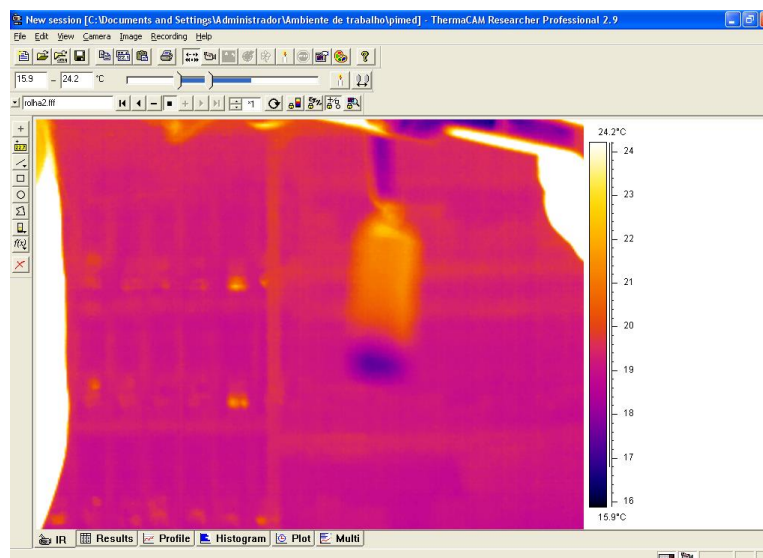


Figura 5.22 – Termograma obtido da leitura de rolha extraída.

Através do termograma obtido, após várias tentativas de perceber qual a melhor gama de temperaturas, concluiu-se que, de facto, seria possível traçar um perfil de temperaturas, relacionando as temperaturas mais baixas com a presença do vinho na rolha.

Desta forma, o passo seguinte foi a realização de ensaios para definir as variáveis que influenciam a captação de imagem.

Parte 2 – Método de referência para obter detalhadamente o perfil de absorção

Após agrupar as rolhas pelo tipo de rolha e realizado a média das absorções para cada disco, exibiram-se os resultados em gráficos, apresentados na Figura 5.23, de forma a conhecer o comportamento da impregnação do vinho pela rolha.

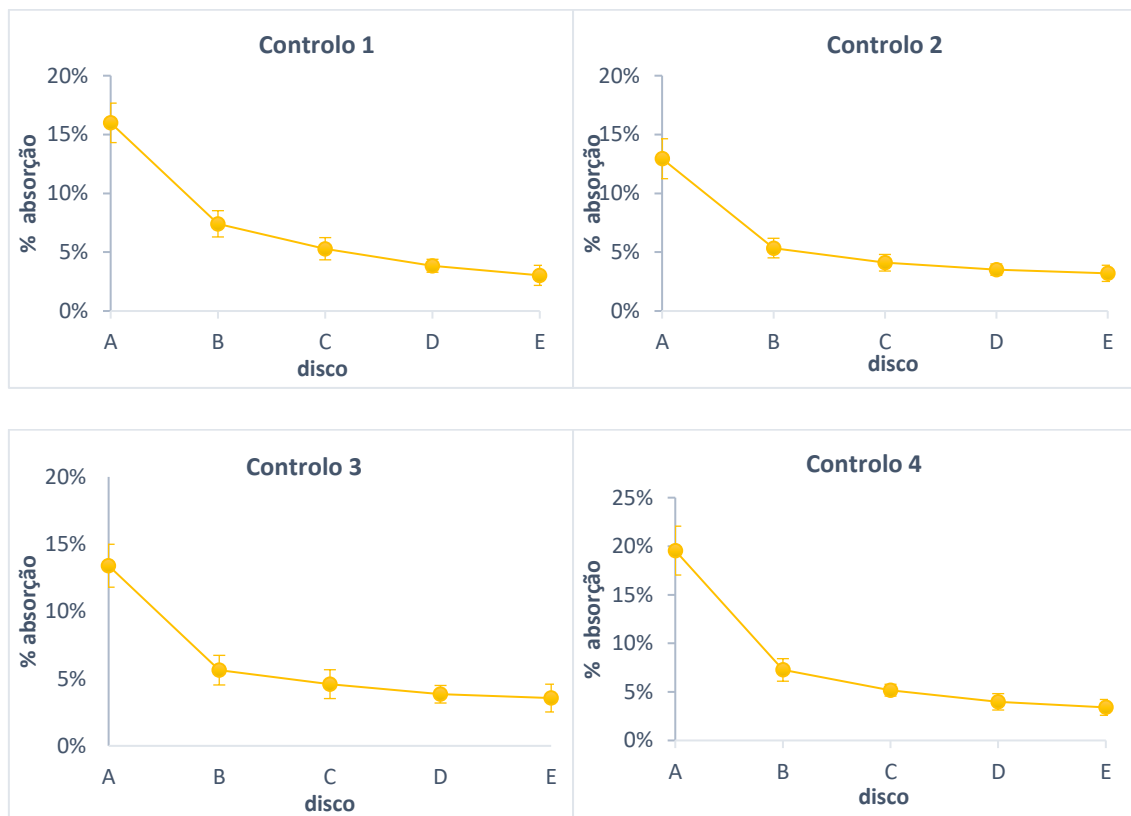


Figura 5.23 – Absorções obtidas para cada disco cortado da rolha.

Dos presentes ensaios resultaram a compreensão do comportamento da absorção do vinho ao longo da rolha, bem como o ganho de sensibilidade pelo método que recorre aos discos, levando a uma melhor execução quando utilizado em simultâneo com os ensaios através da câmara termográfica.

Parte 3 – Ensaio para ganho de sensibilidade da câmara termográfica

Após extrair os termogramas respetivos a cada rolha, e ter-se calculado as absorções obtidas pelo método de referência, confrontaram-se ambos os resultados obtidos, para cada rolha, de modo a começar a perceber a correlação. Deste modo, serão mostrados os resultados para a rolha que menos absorveu e a que mais absorveu, Figura 5.24.

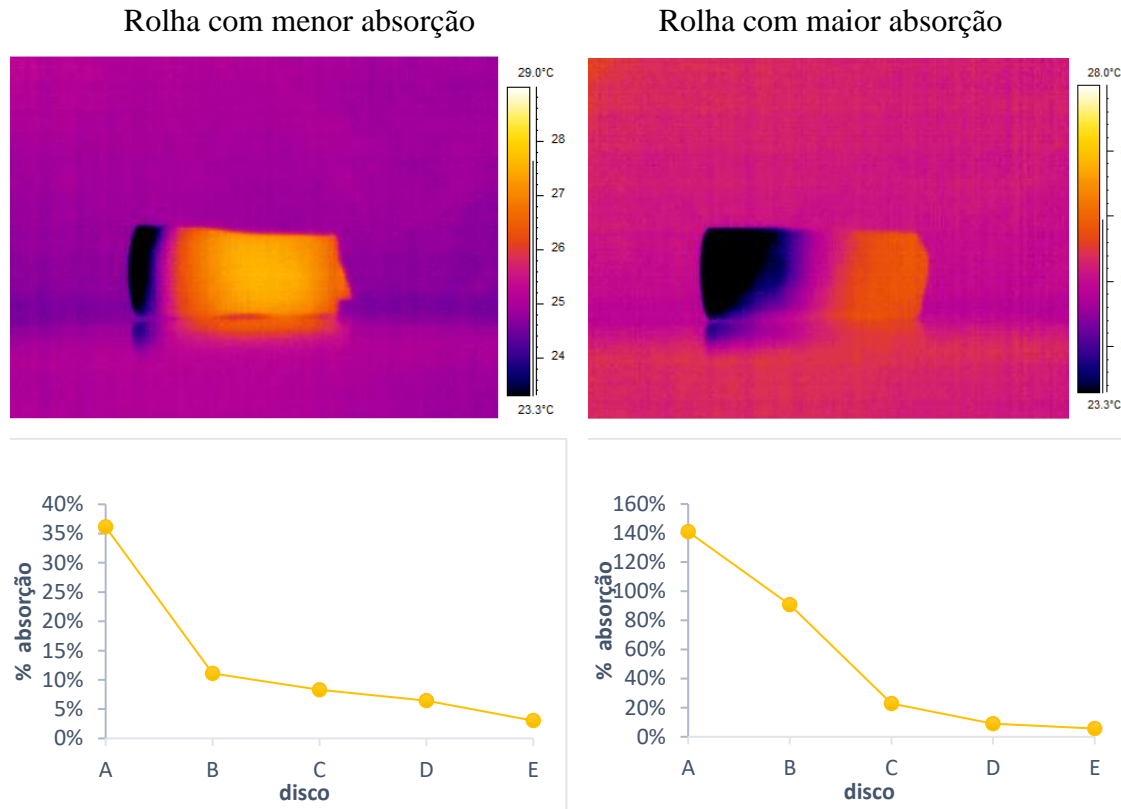


Figura 5.24 – Termograma e perfil de absorção correspondentes à rolha com menor absorção, lado esquerdo, e à rolha com maior absorção, lado direito.

Através dos ensaios, apesar de parecerem satisfatórios, uma vez que zonas com temperaturas mais baixas corresponderam a maiores absorções, percebeu-se que trabalhando a uma gama de temperaturas diferente em cada análise, devido à utilização do auto ajuste, sem ainda se compreender muito bem como serão tratados os resultados, não é fácil comparar diferentes rolhas apenas analisando os termogramas, pois é possível ser induzido em erro na interpretação do termograma.

As absorções superiores a 100 % correspondem a rolhas que continham vinho não só absorvido, como no exterior da rolha.

As análises seguintes serão realizadas com uma gama de temperaturas fixa, e com auto ajuste, uma vez que ainda não se sabe como se relacionarão os parâmetros.

Parte 4 – Definição dos materiais e variáveis

Apesar de se ter pensado já ter encontrado as condições de operação, nesta fase não se conseguiram realizar os ensaios previstos pois estava um dia bastante mais quente que o dia dos últimos ensaios, pelo que, após várias tentativas, os melhores resultados que se conseguiam ter eram como o termograma observado na Figura 5.25.

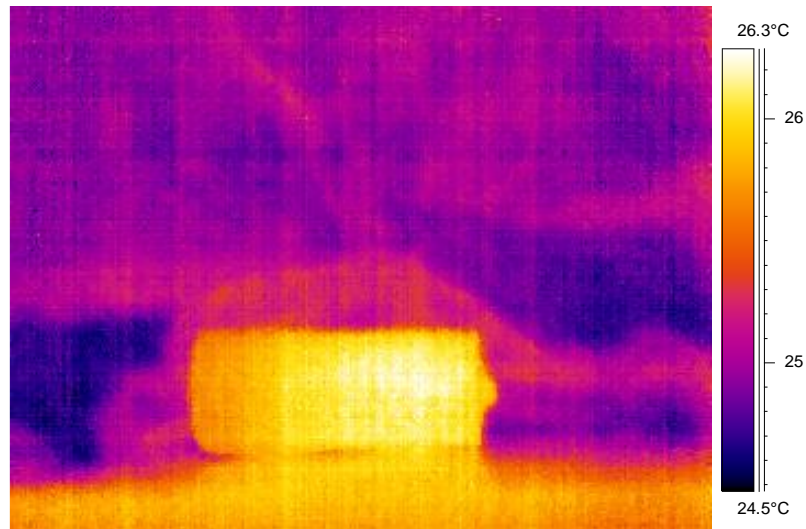


Figura 5.25 – Termograma obtido da rolha extraída.

Através dos ensaios que se tentaram realizar, percebeu-se que, de facto, a temperatura ambiente é um dos maiores fatores a considerar, tornando imprescindível a realização dos ensaios em laboratório controlado. No laboratório do I&D existe esse controlo devido aos engarrafamentos lá existentes, pelo que, à partida, essa interferência será atenuada quando implementado o método na empresa.

Em consequência da temperatura, também o fundo utilizado já não era o ideal, como é possível ver na Figura 5.25, pelo que se testaram outros fundos, mas sem melhoria, devido ao fator temperatura. No entanto, com polietileno de alta intensidade e, portanto, mais grosso, igualmente de fundo preto, conseguiu-se melhores resoluções de imagem.

No entanto, não se realizaram ensaios, uma vez que não se conseguiu otimizar as condições com os materiais contidos no laboratório, devido à sensibilidade da câmara à temperatura.

Parte 5 – Ensaio pelo novo método com gama de temperatura fixa e método de referência

Para cada rolha extraída, obteve-se o respetivo termograma e traçou-se o perfil de absorções (% de absorção em cada disco), obtido pelo método de referência, apresentando-se o exemplo da rolha 1 na Figura 5.26. Os resultados obtidos para as restantes rolhas encontram-se no Anexo D1.

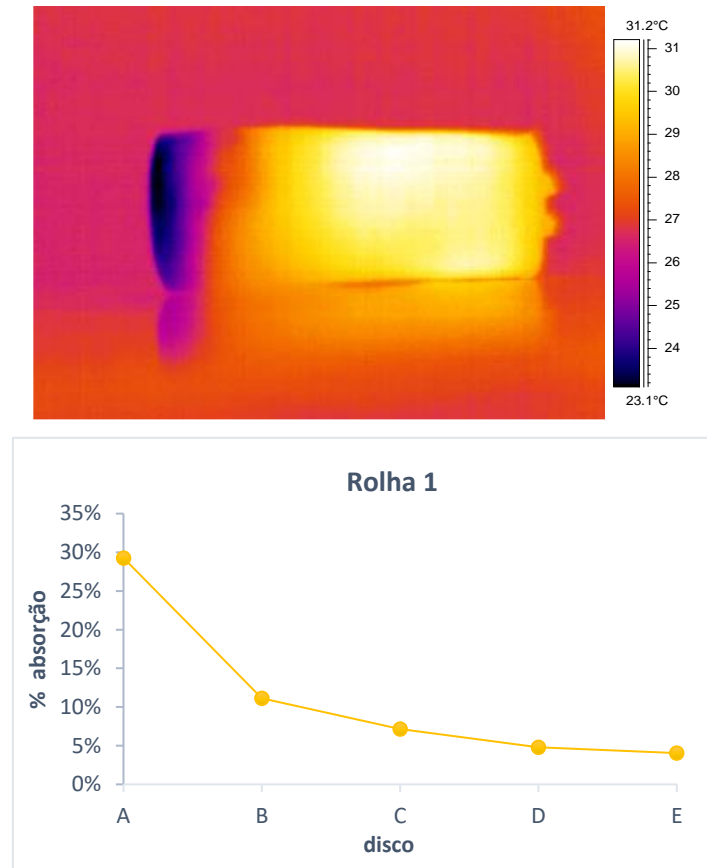


Figura 5.26 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 1.

Dos resultados adquiridos, já foi possível constatar que, por exemplo, zonas mais escuras no termograma, que rondam os 24 °C, correspondem a valores de absorção que rondam os 50 %, concluindo-se que há concordância de resultados entre as rolhas analisadas.

Deste modo, o passo seguinte foi perceber de que modo se poderia estabelecer uma relação geral entre as temperaturas e as percentagens de absorção, pelo que se começou por tentar relacioná-las através de expressões algébricas. Tratou-se, para cada rolha, um gráfico referente ao comportamento linear, exponencial, logarítmico e polinomial, de modo a conseguir-se avaliar se se aproximava de algum dos comportamentos. Para o valor da temperatura correspondente a cada disco, dividiu-se no termograma a zona da rolha em 5 discos iguais, como demonstrado na Figura 5.27 e, em cada disco, leram-se os extremos, por exemplo, o primeiro disco os extremos são os pontos 1 e 2, e fez-se a temperatura média.

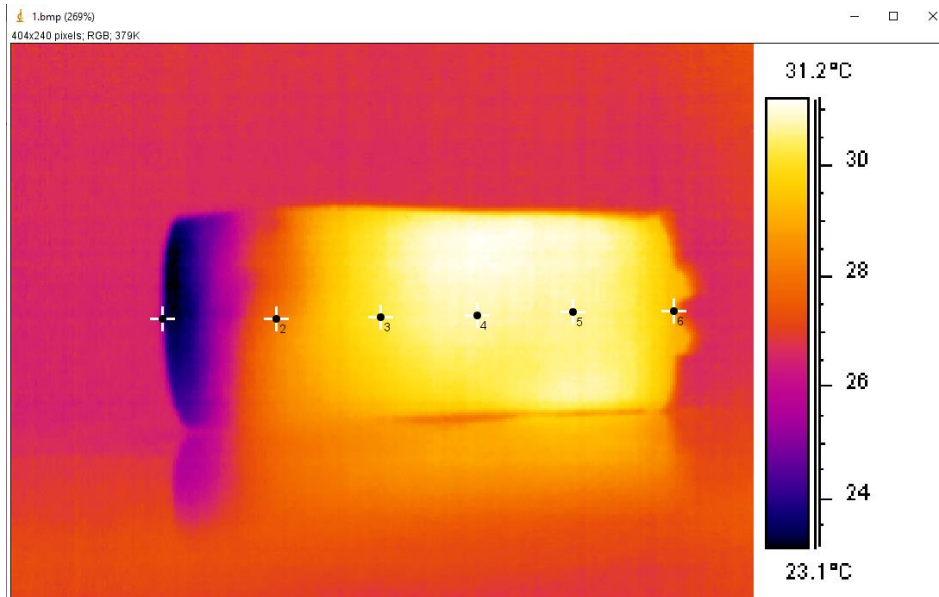


Figura 5.27 – Demonstração da leitura das temperaturas no termograma.

Os gráficos correspondentes a cada comportamento, para a rolha 1, estão representados na Figura 5.28.

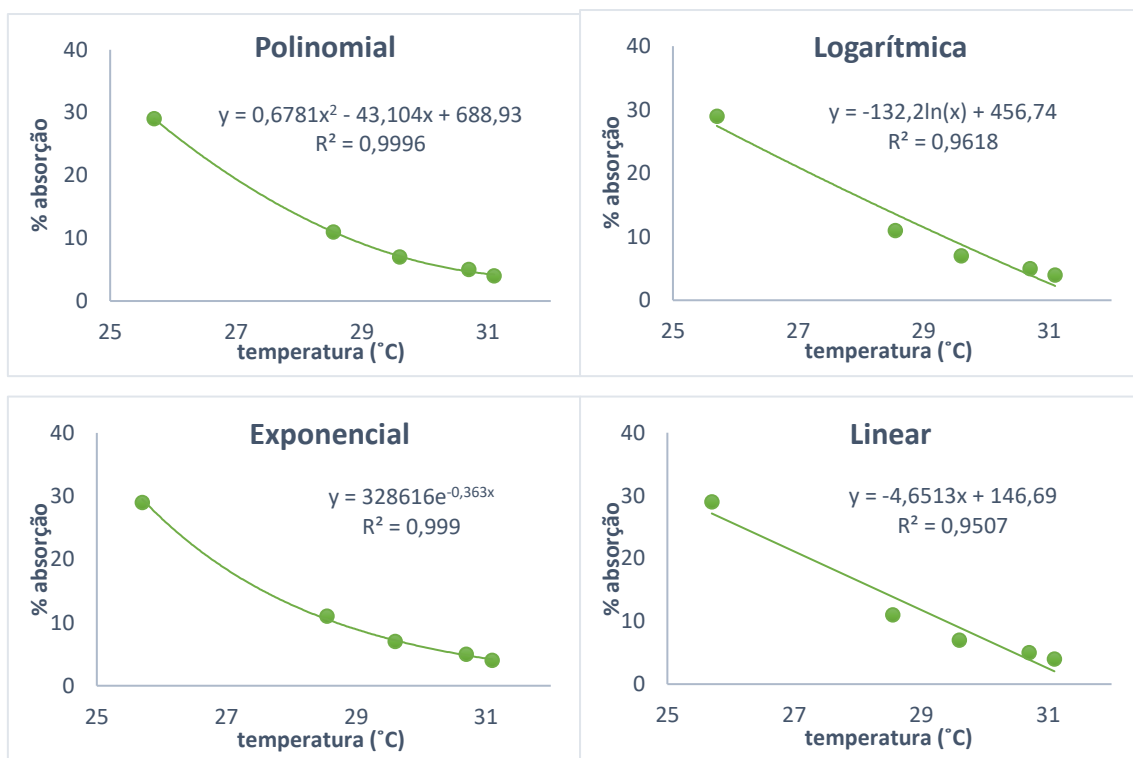


Figura 5.28 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 1.

Os gráficos obtidos para as restantes 11 rolhas encontram-se no anexo D2.

Para todas as rolhas estudadas, constatou-se que as linhas de tendência que melhor descreviam o comportamento da absorção em função da temperatura foram a exponencial e a polinomial, com valores de R^2 muito próximos de 1, aplicando-se estas duas ao total dos valores de absorção e temperatura das 12 rolhas, tendo resultado os gráficos da Figura 5.29.

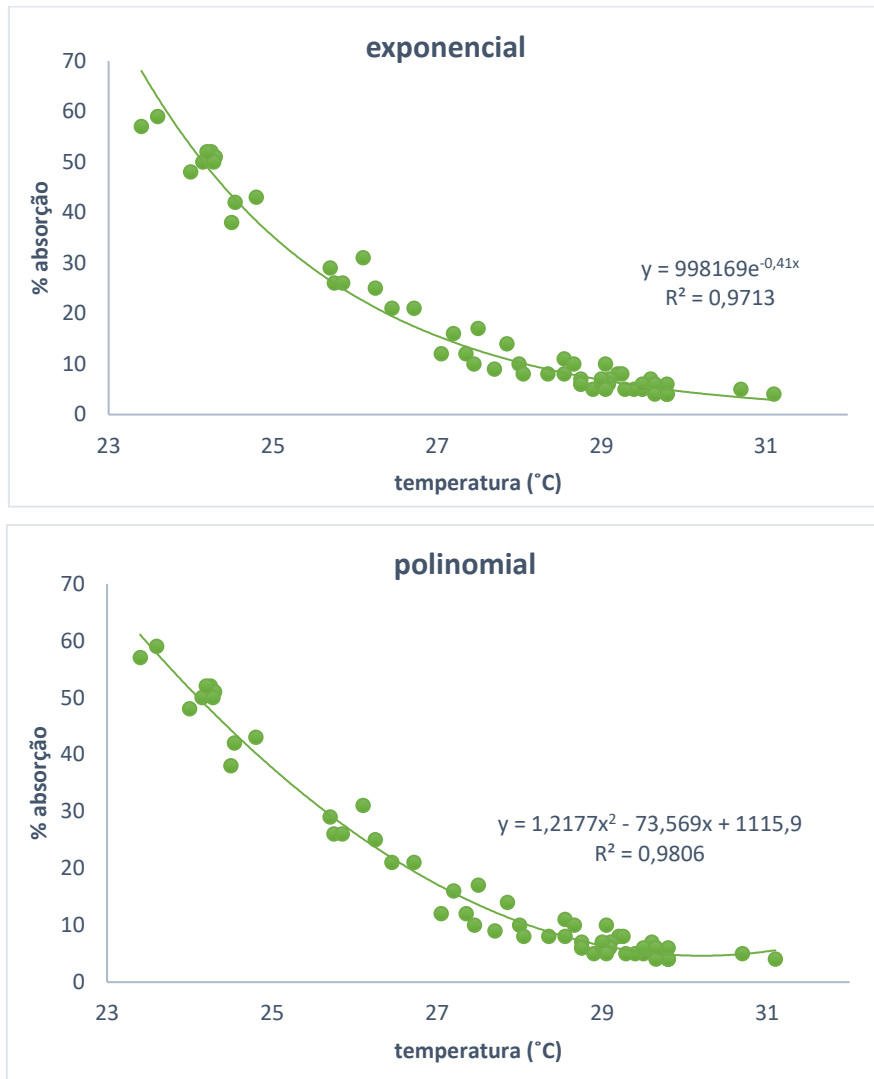


Figura 5.29 – Percentagem de absorção em função da temperatura, aplicando a linha de tendência exponencial e polinomial, ao total das 12 rolhas.

Verificou-se que a expressão matemática que melhor descreve e relaciona as absorções ao longo da rolha e as temperaturas é a expressão do tipo polinomial, com um R^2 de 0,9806 que, apesar de não ser 1, é muito próximo. Constata-se que este é um método que merece a continuação do estudo, de forma a construir uma base de dados com temperaturas obtidas pelos termogramas e absorções obtidas pelo método de referência, obtendo assim a expressão matemática final capaz de, através das temperaturas lidas no

termograma, calcular o perfil de absorção ao longo da rolha, de uma forma expedita e não destrutiva (não é necessário o corte da rolha em discos).

Outro aspeto importante a melhorar é a leitura da temperatura num determinado ponto de forma exata, através de processamento, uma vez que as leituras das temperaturas foram realizadas pelo olho humano.

Por último, concluiu-se então a necessidade e o interesse na aquisição de uma câmara termográfica por parte da empresa, de modo a otimizar as condições e chegar à expressão matemática final.

6. Conclusões

No âmbito da tese realizada para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, área de especialização Tecnologias de Proteção Ambiental, desenvolvida na empresa Cork Supply Portugal, SA, especificamente na unidade de rolhas naturais, foi proposto o desenvolvimento de novas metodologias de avaliação de parâmetros associados ao desempenho da rolha, nomeadamente a determinação da longevidade de rolhas em garrafa, neste caso, em dois tipos de rolha produzida pela empresa, natural e microaglomerada, tendo como influência a diferente gama de gargalos existente e o tempo de uso do vedante.

Para isso, investigou-se o desenvolvimento de nova metodologia de acompanhamento da recuperação elástica da rolha após extração, através de captação de fotografia da rolha ao longo do tempo e posterior leitura do diâmetro no programa ImageJ, e ferramenta não invasiva para a monitorização de perfil de humidade da rolha no gargalo, utilizando uma câmara termográfica do Departamento de Engenharia Geotécnica do ISEP.

O trabalho iniciou-se com testes de viabilidade do uso de ferramentas já existentes, utilizadas noutras áreas, para, posteriormente, desenvolver novos procedimentos capazes de avaliar o desempenho da rolha.

Após ambos os testes terem mostrado serem viáveis para desenvolvimento, realizaram-se os ensaios necessários para obtenção dos métodos. Para validação destes foram realizados ensaios em simultâneo pelos métodos de referência.

Relativamente à nova metodologia de acompanhamento da recuperação elástica da rolha após extração, conseguiu-se chegar à sua implementação onde, através de fotografia à rolha extraída aos 0, 1, 3, 5 e 15 minutos, e posterior processamento de imagem, se consegue obter os valores dos diâmetros da rolha sendo posteriormente calculado as respetivas recuperações diamétrais ao longo do tempo. O passo final, para se obter uma metodologia digital e automática, será, futuramente, a criação de uma aplicação capaz de realizar todo o processo, desde a captação da fotografia até ao cálculo da recuperação elástica da rolha.

Quanto à ferramenta para a monitorização de perfil de humidade da rolha no gargalo, percebeu-se que, por meio de termogramas obtidos da rolha extraída, através de uma

câmara termográfica é possível obter o perfil de absorção, observação demonstrada pela relação matemática encontrada entre as temperaturas obtidas pelos termogramas e as respetivas absorções analisadas pelo método de referência. Através da relação encontrada concluiu-se a necessidade e o interesse na aquisição de uma câmara termográfica por parte da empresa, de modo a otimizar as condições e criar uma base de dados de perfis de temperatura e perfis de absorção, obtendo uma expressão matemática final que calculará o perfil de humidade em função do perfil de temperatura.

Por último, não se conseguiu estudar a influência da diferente gama de gargalos existente e o tempo de uso do vedante na longevidade de rolhas em garrafa.

Em suma, as novas metodologias ainda não se encontram totalmente automáticas e digitais, no entanto, espera-se que com este trabalho e com as propostas para o terminar seja possível caminhar nesse sentido, chegando assim à aquisição da análise da recuperação elástica da rolha e seu perfil de absorção de uma forma expedita e diminuindo o erro e manipulação suscetíveis dos métodos de referência.

7. Propostas futuras

Não tendo sido possível chegar à validação e implementação de umas das metodologias, não se realizou o estudo da influência da diferente gama de gargalos existente e o tempo de uso do vedante, pelo que uma proposta de trabalho futuro seria, após obtenção da nova metodologia de análise do perfil de humidade da rolha, implementar os novos métodos para realização do estudo.

7.1. Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha – utilização do *software ImageJ*

Apesar de se ter validado e implementado o método, como referido, é necessário ainda tornar a metodologia digital e automática, pelo que é essencial que, futuramente, seja desenvolvida uma aplicação capaz de realizar todo o processo, desde o momento da captação da fotografia até ao cálculo da recuperação elástica da rolha. Para facilitar o desenvolvimento da aplicação, todas as particularidades que esta deve ser capaz de realizar estão descritas no Anexo C4.

7.2. Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica

De modo a obter um método mais expedito, a aquisição da câmara termográfica por parte da empresa seria uma câmara termográfica adaptável ao telemóvel, sendo uma possibilidade a apresentada na Figura 7.1, com as mesmas funcionalidades, sendo possível analisar-se em simultâneo a recuperação elástica da rolha e o perfil de absorção da mesma.



Figura 7.1 – Câmara termográfica adaptável ao telemóvel (Grupo Acre Portugal, 2022).

Apesar do laboratório do I&D ser controlado ao nível de temperatura, um fator importante seria a construção de uma caixa com material isolante, garantindo assim uma temperatura constante e uma gama de temperaturas na câmara constante.

Por último, o objetivo do estudo era a análise do perfil de humidade da rolha no gargalo, e não extraída. No entanto, não foi possível otimizar as condições de modo a eliminar a interferência do vidro, devido à sua emissividade, sendo um possível trabalho futuro estudar como eliminar essa mesma interferência.

Dos ensaios realizados, na Figura 7.1 encontra-se um termograma exemplificativo do obtido, sendo possível ver essa mesma interferência, igualmente visível na Figura 7.2 onde foi colocada uma rolha extraída a par com uma rolha inserida no gargalo, verificando-se claramente não ser possível ler o perfil de temperaturas na rolha inserida no gargalo em relação à rolha extraída.

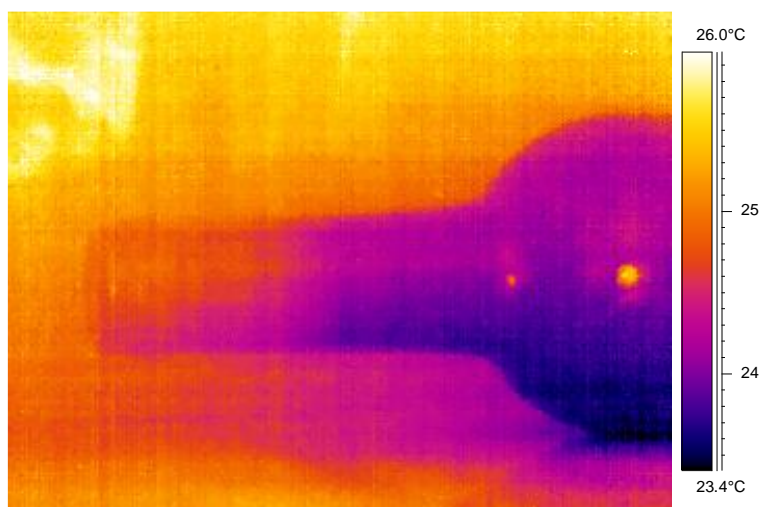


Figura 7.2 – Termograma obtido da análise de uma rolha inserida no gargalo.

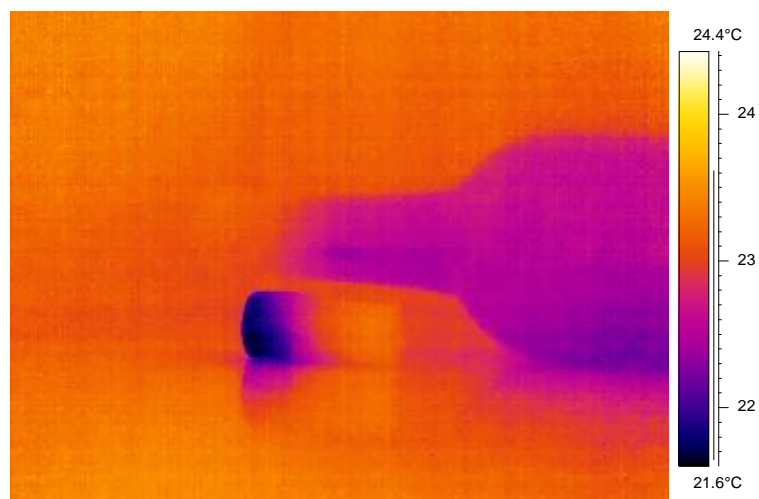


Figura 7.3 – Termograma obtido da análise de rolha inserida no gargalo e rolha extraída.

Bibliografia

- (CETIE), I. T. (2008). *The Practical guidelines for Bottling – Practical guideline n° 1*.
- Amaral Fortes, M., Rosa, E., M., & Pereira, H. (2004). *A cortiça*. IST Press.
- APCOR. (2018). *Cortiça: Descortiçamento*. Obtido em 12 de fevereiro de 2022, de APCOR: <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/descorticamento/>
- APCOR. (2018). *Cortiça: O que é?* Obtido em 12 de fevereiro de 2022, de APCOR: <https://www.apcor.pt/cortica/o-que-e/>
- APCOR. (2018). *Cortiça: Rolhas Técnicas*. Obtido em 25 de março de 2022, de <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/percurso-industrial/rolhas-tecnicas/>
- Bom, L. F. (2010). *Comportamento à compressão e tracção da cortiça: estudo numérico*. Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Mecânica, Aveiro.
- Castelos, V. e. (2022). *Qual a diferença entre as garrafas Bordalesa e Borgonhesa*. Obtido em 21 de março de 2022, de Vinhos e Castelos: <https://vinhosecastelos.com/qual-a-diferenca-entre-as-garrafas-bordalesa-e-borgonhesa/>
- CSP. (2020). *Cork Supply* . Obtido de <https://corksupply.com/pt>
- CSP. (2020). *Cork Supply: Produtos*. Obtido de Cork Supply: <https://corksupply.com/pt/produtos/cs-standard>
- Gil, L. (s.d.). *A cortiça como material de construção - Manual técnico*. Santa Maria de Lamas: APCOR – Associação Portuguesa de Cortiça. Obtido em 12 de fevereiro de 2022, de https://www.apcor.pt/wp-content/uploads/2015/07/Caderno_Tecnico_F_PT.pdf
- González-Adrados, J. R., González-Hernández, F., Ceca, G. d., L., J., Cáceres-Esteban, M. J., & García-Vallejo, M. C. (2008). Wine absorption by cork stoppers. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 6(4), 645-649. doi:10.5424/sjar/2008064-356
- González-Adrados, J. R., González-Hernández, F., Ceca, J. G., Cáceres-Esteban, M. J., & García-Vallejo, M. (2008). Cork-wine interaction studies: liquid absorption and non-volatile compound migration. *Journal international des sciences de la vigne et du vin*, 42(3). doi:10.20870/OENO-ONE.2008.42.3.815
- Lagorce-Tachon, A., Karbowski, T., Champion, D., Gougeon, R., & Bellat, J.-P. (2015). Mechanical properties of cork: Effect of hydration. *Materials and Design*, 82, 148-154. doi:10.1016/j.matdes.2015.05.034
- Pereira, H. (1988). Chemical composition and variability of cork from *Quercus suber* L. *Wood Science and Technology*, 22, pp. 211-218. doi:10.1007/BF00386015
- Pereira, H. (2007). *Cork: Biology, Production and Uses*. Lisboa: ELSEVIER.
- Pereira, H. (julho de 2015). The Rationale behind Cork Properties: A Review of Structure and Chemistry. *Bioresources*. doi:10.15376/biores.10.3.Pereira
- Prades López, C., & Sánchez-González, M. (2019). Behavior of Natural Cork Stoppers when Modifying Standard Corking Parameters: Three Practical Cases. *Cork Science and its Applications II*, 14, pp. 20-27. doi:10.21741/9781644900413-4

- Rosa, E., M., & Fortes, M. A. (2009). Recovery of used cork stoppers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 344, 97-100.
doi:10.1016/j.colsurfa.2009.02.035
- Sánchez-González, M., & Pérez-Terrazas, D. (2018). Dataset of mechanical properties from different types of wine stopper: Micro-agglomerated, natural cork and synthetic. *Data in Brief*, 21, 2103–2109. doi:10.1016/j.fpsl.2018.10.009
- Sánchez-González, M., González-Hernández, F., & Prades, C. (2020). Optimum cork stopper diameter for a proper wine sealing performance when modifying bottleneck diameter: a first approach. *Forest Systems*, 29(1), p. 7. doi:10.5424/fs/2020291-15829
- Silva, S. P., Sabino, M. A., Fernandes, E. M., Correlo, V. M., Boesel, L. F., & Reis, R. L. (2005). Cork: properties, capabilities and applications. *International Materials Reviews*, 50(6).
- UNAC. (2020). *Notícias CAP*. Obtido em 14 de fevereiro de 2022, de <https://www.cap.pt/noticias-cap/agricultura-e-floresta/centro-de-competencias-do-sobreiro-e-da-cortica-promove-evento-dedicado-as-diversas-fileiras-do-montado>

Anexos

Anexo A. Monitorização e especificações da rolha

Anexo A1. Especificações mecânicas e físicas definidas pela ISO 16420

Tabela A.1 – Valores referentes ao teor de humidade e recuperação dimensional após compressão, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).

Tipo de rolha	Teor de humidade	Recuperação dimensional após compressão
Natural Aglomerada 1+1 (disco/ aglomerado/disco)	6 % ± 2 %	Limite de especificação inferior – 90 %

Tabela A.2 – Valores nominais e limites de especificação referentes às dimensões, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).

Tipo de rolha	Parâmetro medido	Diâmetro	Comprimento
		normal (mm)	(mm)
Natural	Valor nominal	24	38, 44, 45, 49, 53 ou 54
	Limites de especificação	± 0,5	± 0,7
Natural colmatada	Valor nominal	24	38, 44, 45, 49, 53 ou 54
	Limites de especificação	± 0,5	± 0,7
Aglomerada	Valor nominal	22,5 a 23,5	38 a 44
	Limites de especificação	± 0,5	± 0,5
1+1 (disco/ aglomerado/disco)	Valor nominal	23 a 24	40 a 44
	Limites de especificação	± 0,5	± 0,5

Tabela A.3 – Valores limite de especificação superior e inferior relativos à força de extração, para cada tipo de rolha (adaptado da ISO 16420).

Comprimento da rolha	38 mm	44 mm	45 mm	≥ 49 mm
Natural	12 a 35 daN	15 a 40 daN	15 a 40 daN	15 a 45 daN
Aglomerada	12 a 30 daN	12 a 30 daN		
1+1 (disco/ aglomerado/disco)	12 a 30 daN	12 a 30 daN		

Tabela A.4 – Valores nominais e limites de especificação referentes à massa e densidade da rolha aglomerada (adaptado da ISO 16420).

Rolha	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Parâmetro medido	Massa (g)	Densidade (kg/m³)
Aglomerada	38	22,5	Valor nominal	4,4	290,00
	38	23,0		4,6	
	38	23,5		4,8	
	40	22,5		4,6	
	40	23,0		4,8	
	40	23,5		5,0	
	42	22,5		4,8	
	42	23,0		5,1	
	42	23,5		5,3	
	44	22,5		5,1	
	44	23,0		5,3	
	44	23,5		5,5	
				Limite de especificação	

Tabela A.5 – Valores nominais e limites de especificação referentes à massa da rolha 1+1 (disco/aglomerado/disco) (adaptado da ISO 16420).

Rolha	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Parâmetro medido	Massa (g)
1+1 (disco/ aglomerado/disco)	40	23,0	Valor nominal	4,5
	40	23,5		4,7
	40	24,0		4,9
	42	23,0		4,7
	42	23,5		4,9
	42	24,0		5,1
	44	23,0		4,9
	44	23,5		5,2
	44	24,0		5,4
				Limite de especificação

Anexo A2. Determinação da absorção de líquidos segundo a Norma 2803-9

Método A (Rolhas de cortiça natural, rolhas colmatadas ou rolhas multi-peça):

- a) Numerar e determinar a massa inicial de cada rolha em ensaio;
- b) Encher as garrafas com a solução etanólica (a 12 % (v/v) ou de teor alcoólico equivalente à bebida a que se destinam as rolhas em ensaio), respeitando o nível de enchimento;
- c) Utilizando a rolhadora, proceder à inserção das rolhas em ensaio, nas garrafas, assegurando que o processo de rolhamento é corretamente realizado, e garantindo a ausência de danos estruturais visíveis;
- d) Uma hora após engarrafamento colocar as garrafas na posição horizontal;
- e) Após 8 dias, extrair as rolhas das garrafas com o auxílio do saca-rolhas. Colocar a parte da rolha que esteve em contacto com o líquido, sobre o papel absorvente, de forma a retirar o excesso de líquido;
- f) Determinar a massa final de cada rolha em ensaio.

Anexo A3. Determinação da recuperação dimensional após compressão segundo a ISO 9727-4

Para a determinação da recuperação dimensional após compressão a ISO 9724-4 segue o seguinte procedimento:

- a) Numerar cada provete em ensaio;
- b) Usando o paquímetro, medir o diâmetro de cada provete, sendo esta perpendicular aos anos de crescimento da rolha;
- c) As medições são efetuadas de acordo com a NP ISO 9727-1;
- d) Registrar o valor medido. O resultado desta primeira medição é designado como D_1 ;
- e) Com uma caneta, ou outro objeto apropriado, marcar os pontos de contacto do paquímetro com o provete;
- f) Colocar o provete entre as maxilas do rolhador. Comprimir o provete: (diâmetro de compressão das maxilas entre 15,5 mm e 16 mm). De seguida fazer sair o provete, à semelhança de uma operação de arrolhamento/engarrafamento;
- g) Retirar o provete das maxilas da máquina de engarrafar;
- h) Decorridos 3 min, medir de novo o diâmetro do provete, nos pontos de referência previamente marcados;

- i) Registrar o valor obtido. O resultado desta segunda medição será identificado como D_2 .

Anexo B. Procedimentos relacionados com a análise da recuperação dimensional da rolha

Anexo B1. Descrição do método de referência para análise da recuperação dimensional

O método de referência, para a determinação da recuperação dimensional da rolha, segue os seguintes passos:

- a) Extração da rolha no ExtraLab (extrator de rolhas que a CSP1 detém);
 - i. Nas rolhas técnicas, marcar dois pontos de referência na rolha, em cima e em baixo, isto é, 6 mm abaixo da extremidade de cima e 6 mm acima da extremidade de baixo, como exemplificado na Figura B.1, de forma a, ao longo do ensaio, medir ambos os diâmetros com o paquímetro, com a finalidade de calcular a média das duas medições, obtendo-se um diâmetro médio;



Figura B.1 – Marcação realizada na rolha para análise da recuperação dimensional.

- ii. Nas rolhas naturais, sendo a cortiça isentrópica, procede-se de igual forma ao ponto i., exceto o facto da marcação e medição serem realizadas aos 0 e 90° dos anos de crescimento da rolha, como exemplificado na Figura B.2;

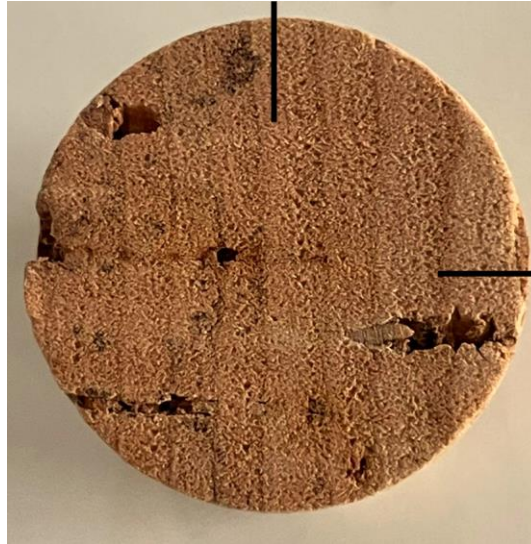


Figura B.2 – Demonstração dos ângulos de crescimento da cortiça numa rolha natural.

- b) Cronometrar durante 60 minutos, após extração da rolha medindo, com recurso a um paquímetro, o diâmetro da rolha ao minuto 0, 1, 3, 5, 15 e 60;
- c) Com esses valores, calcular a percentagem de recuperação, dividindo pelo diâmetro inicial da rolha (diâmetro antes de inserir a rolha na garrafa), segundo equação 2 apresentada no subcapítulo 3.3.

Anexo B2. Descrição do novo método para análise da recuperação dimensional da rolha

O novo método segue as seguintes etapas:

- a) Colocar de uma rolha não usada, de diâmetro conhecido, no suporte;
- b) Tirar fotografia (tem de estar posicionada de forma a visualizar-se uma reta nas extremidades da rolha e não extremidades arredondadas);
- c) Extrair a rolha a analisar através do ExtraLab, iniciando a contagem do tempo no cronómetro:
 - i. Nas rolhas técnicas, marcar dois pontos de referência na rolha, em cima e em baixo, isto é, 6 mm abaixo da extremidade de cima e 6 mm acima da extremidade de baixo, como exemplificado na Figura B.3, de forma a, ao longo do ensaio, medir ambos os diâmetros com o paquímetro, com a finalidade de calcular a média das duas medições, obtendo-se um diâmetro médio;



Figura B.3 – Marcação realizada na rolha para análise da recuperação dimensional.

- ii. Nas rolhas naturais, sendo a cortiça isentrópica, procede-se de igual forma ao ponto i., exceto o facto da marcação e medição serem realizadas aos 45° dos anos de crescimento da rolha, como exemplificado na Figura B.4;

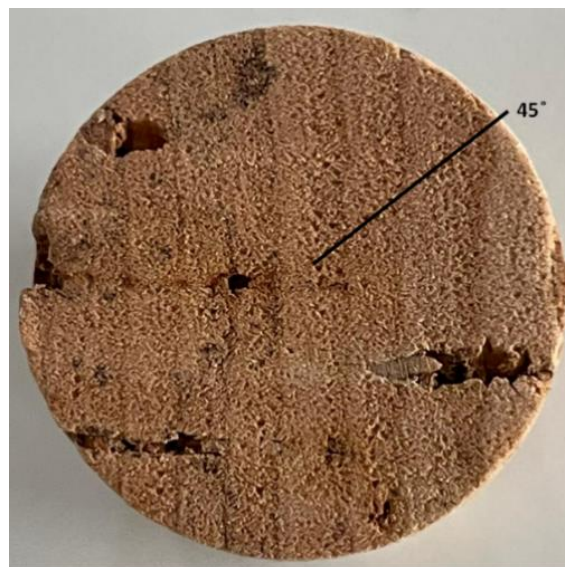


Figura B.4 – Demonstração dos ângulos de crescimento da cortiça numa rolha natural.

- d) Colocar a rolha no suporte;
- e) Tirar fotografia aos 0, 1, 3, 5 e 15 minutos;
- f) Guardar as fotografias e nomeá-las;
- g) Abrir fotografia da rolha não usada no ImageJ;
- h) Fazer zoom à rolha de modo a ver-se o mais aproximado possível, facilitando a leitura;
- i) Calibrar o ImageJ, de modo a fazer a análise em mm, como demonstrado de seguida.

- i. Clicar em *Straight*;
- ii. Selecionar a área correspondente ao diâmetro da rolha;
- iii. Analyze>Set Scale para alterar a escala das análises, colocando o valor do diâmetro (normalmente 24 mm) e carregar em *Global* para fixar, como demonstrado nas Figuras B.5 e B.6;
- iv. Guardar imagem utilizada no formato *Tiff*.

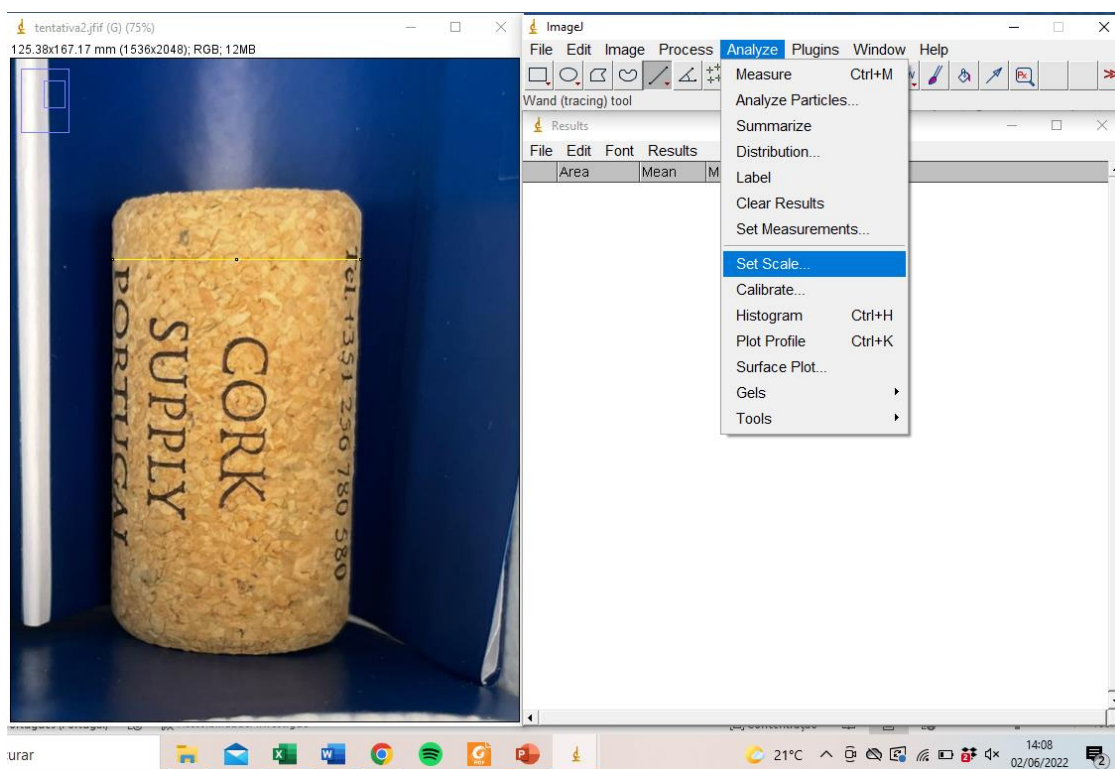


Figura B.5 – Demonstração da calibração do programa ImageJ, selecionado a área e mudança de escala de medição.

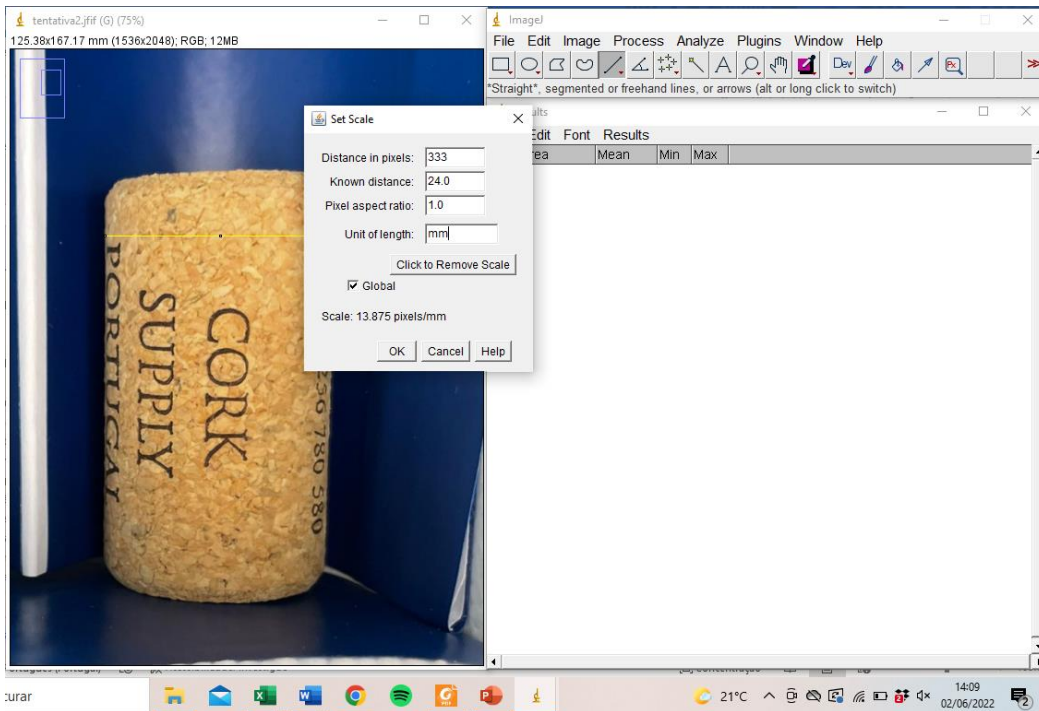


Figura B.6 – Demonstração da calibração do programa ImageJ, aplicação da escala de medição pretendida às análises seguintes.

- j) Abrir fotografia da rolha a analisar;
- k) Selecionar a zona do diâmetro acima, marcado previamente antes de tirar as fotografias;
- l) Prosseguir à leitura através de Analyze>Measure, como demonstrado na Figura B.7;
- m) Repetir alíneas j e k para o diâmetro de baixo.

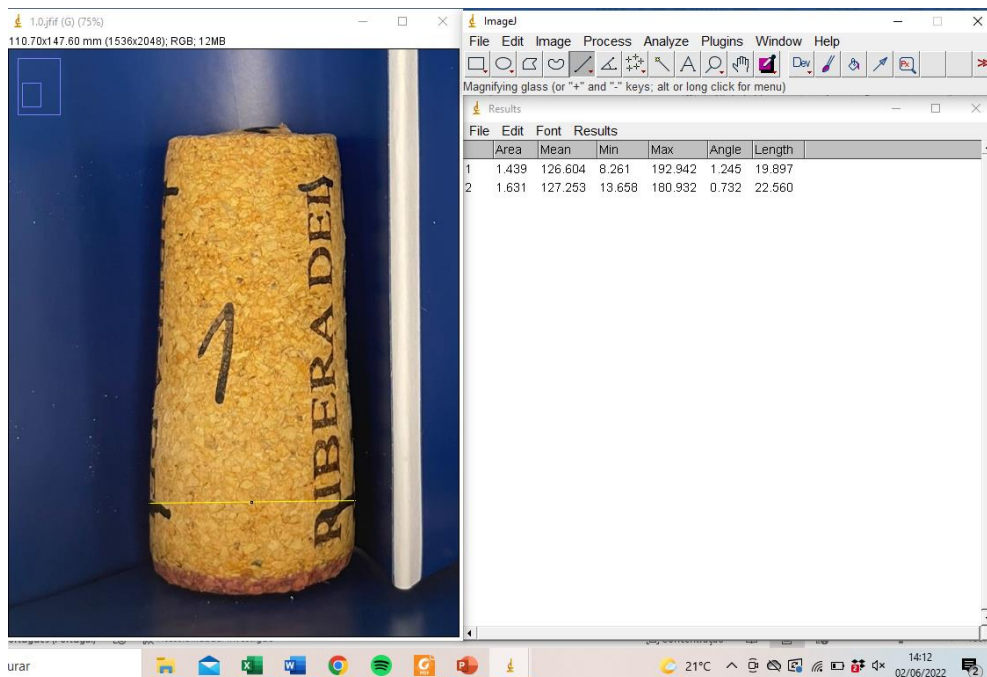


Figura B.7 – Demonstração da obtenção dos valores dos diâmetros.

- n) Com os valores obtidos, calcular a percentagem de recuperação, dividindo pelo diâmetro inicial da rolha (diâmetro antes de inserir a rolha na garrafa), segundo equação 2 descrita no subcapítulo 3.3.

Anexo C. Metodologia para medição da recuperação diametral da rolha – utilização de fotografia para análise no *software* ImageJ

Anexo C1. Gráficos de comparação da percentagem de recuperação dimensional da rolha em função do tempo, obtida através do método de referência e novo método (leitura de fotografia no ImageJ)

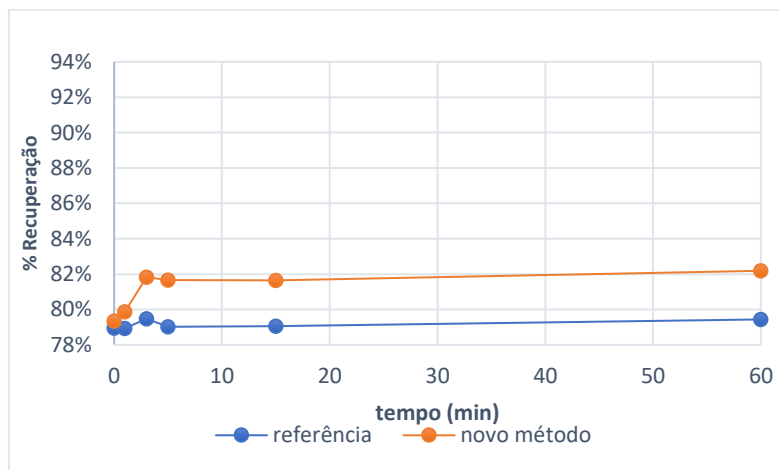


Figura C.1 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 1.

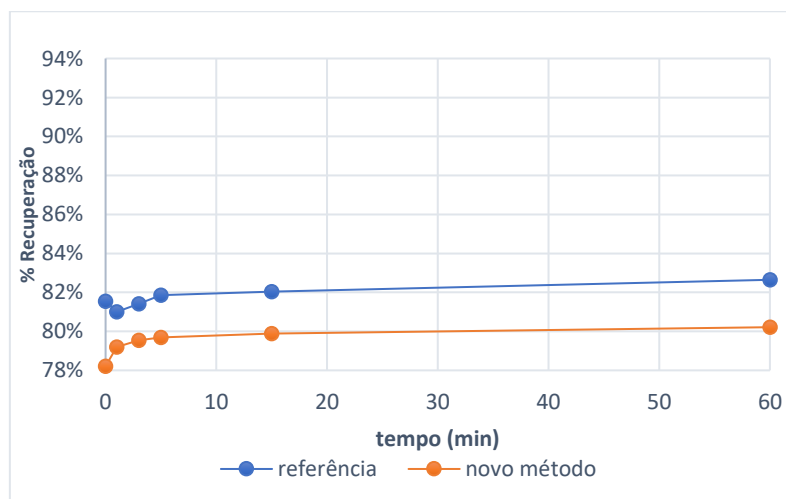


Figura C.2 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 2.

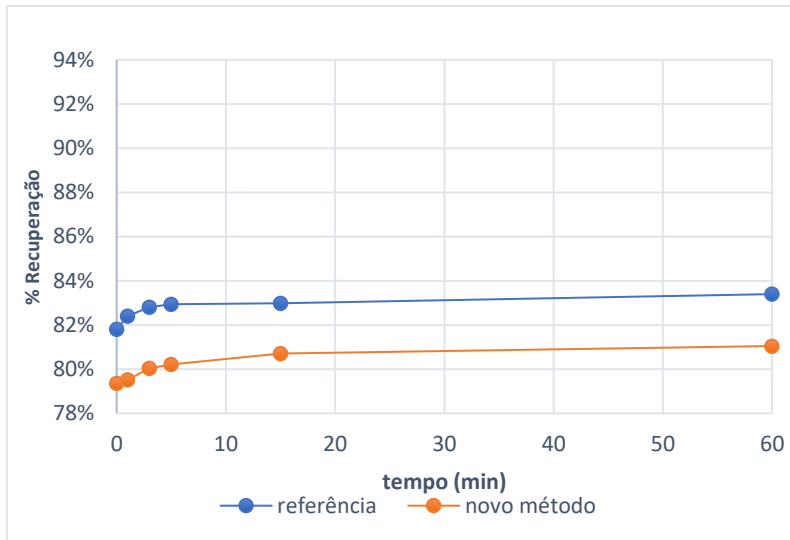


Figura C.3 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 3.

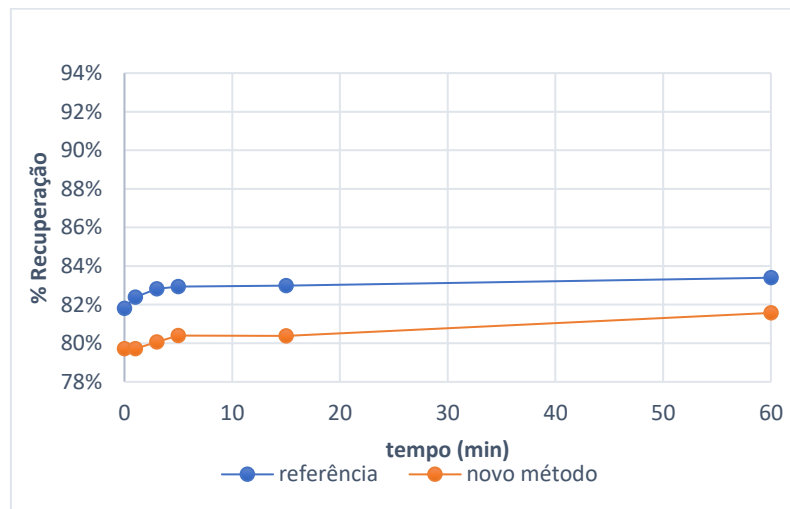


Figura C.4 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 4.

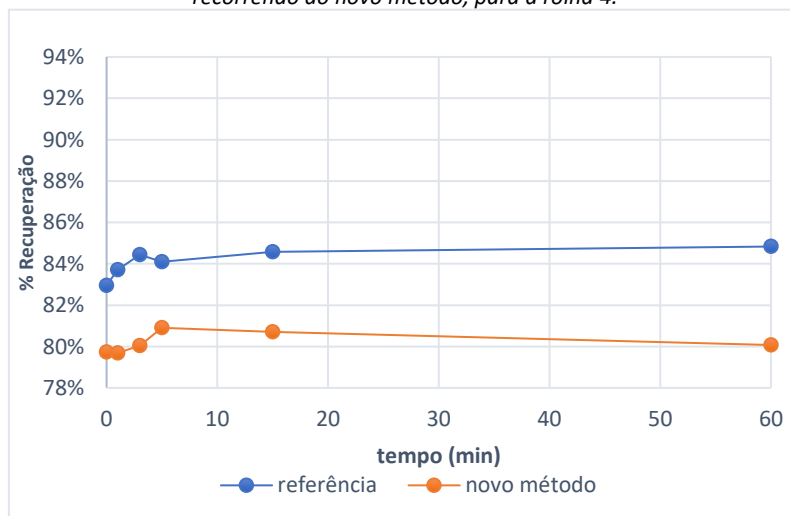


Figura C.5 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 5.

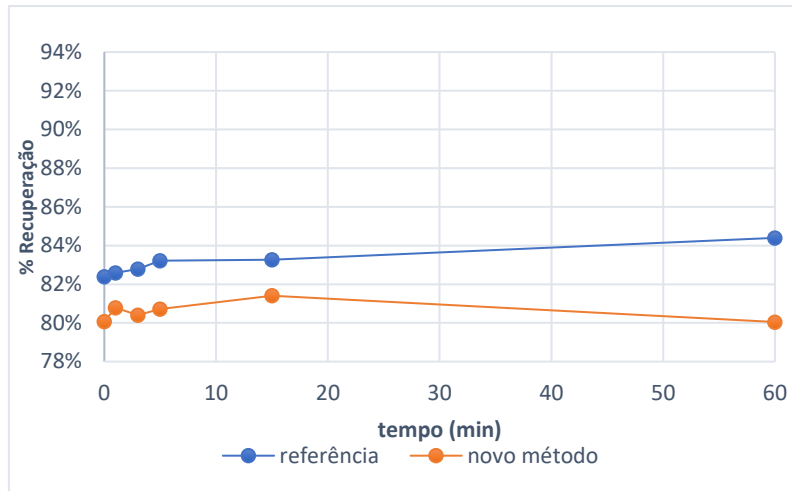


Figura C.6 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 6.

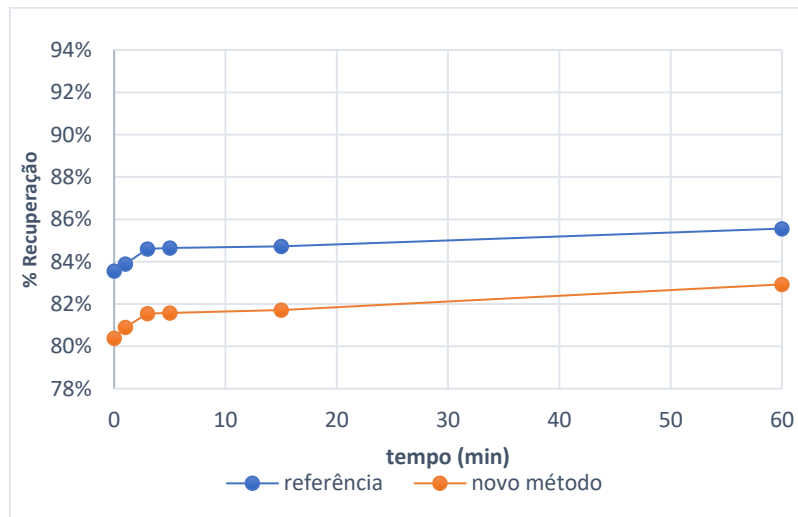


Figura C.7 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 7.

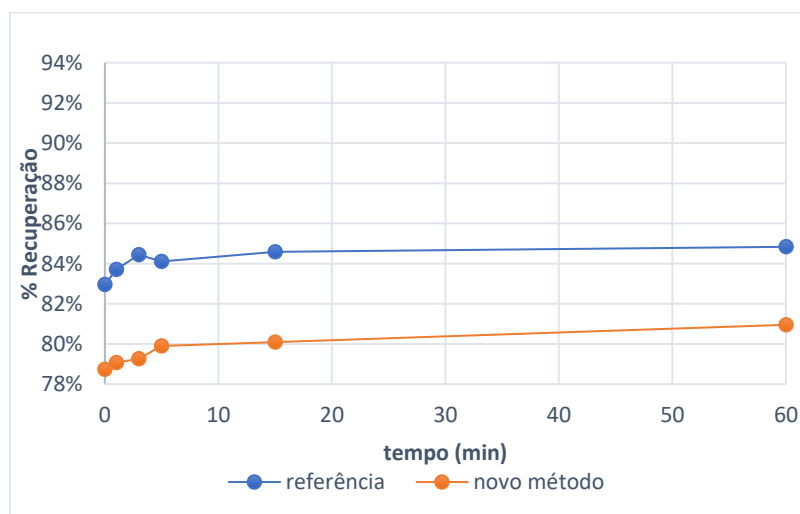


Figura C.8 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 8.

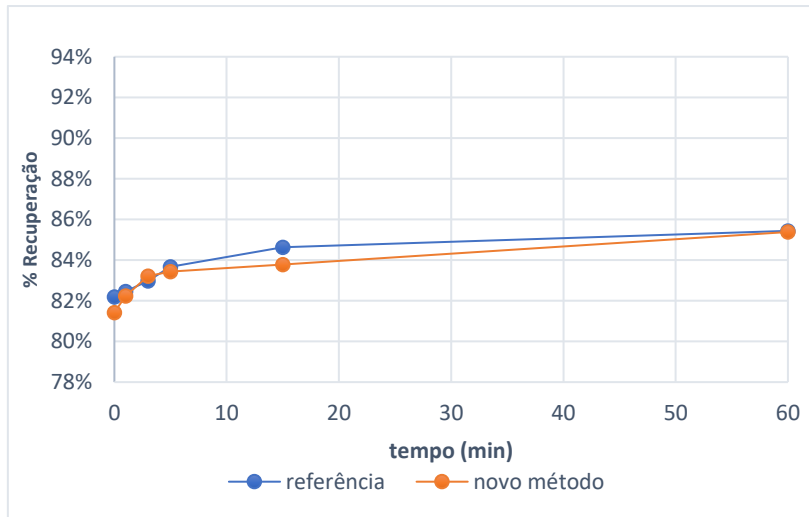


Figura C.9 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 9.

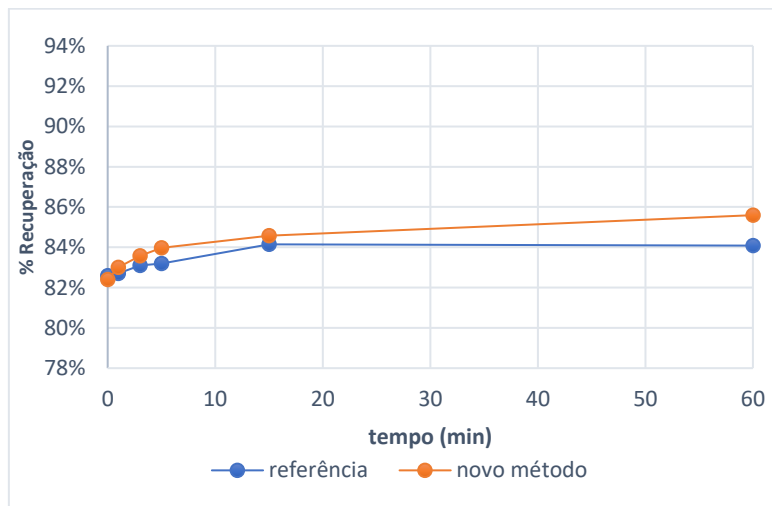


Figura C.10 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 10.

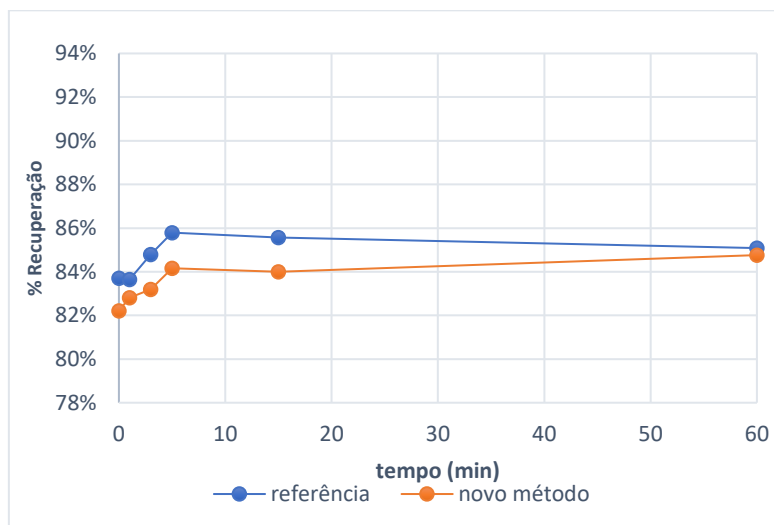


Figura C.11 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 11.

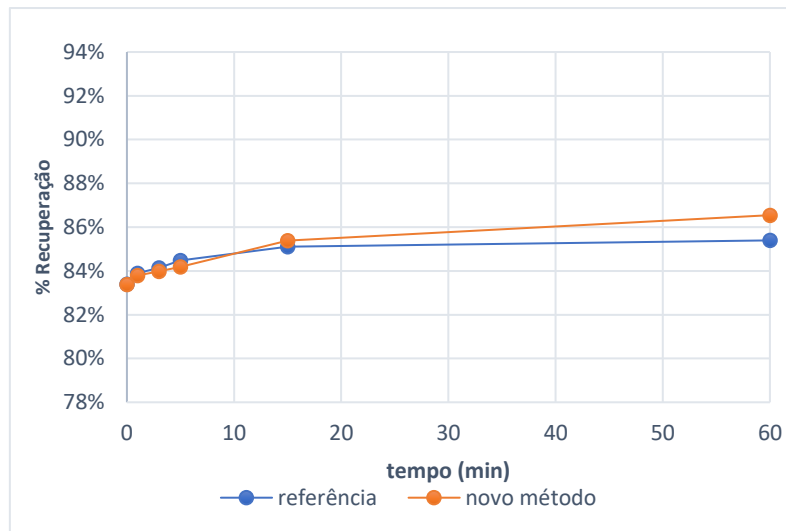


Figura C.12 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 12.

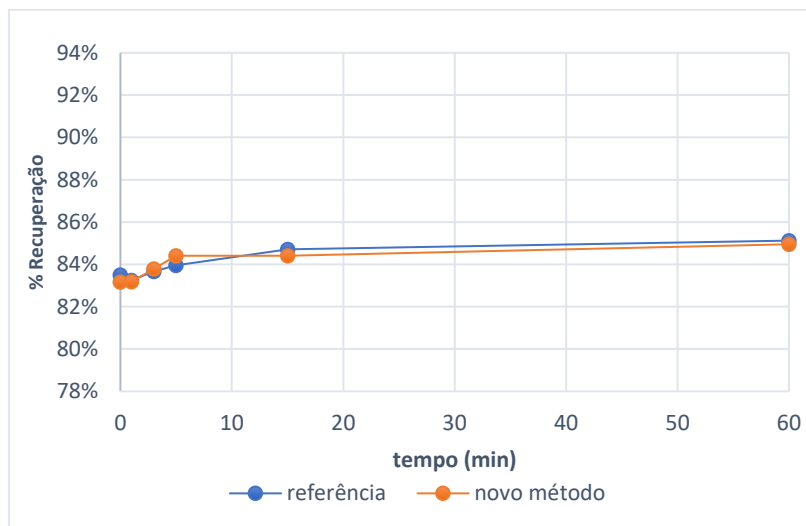


Figura C.13 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 13.

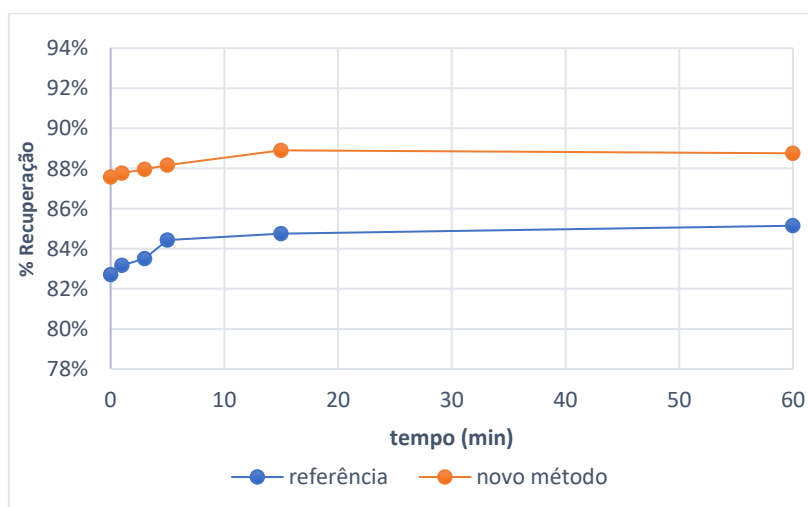


Figura C.14 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 14.

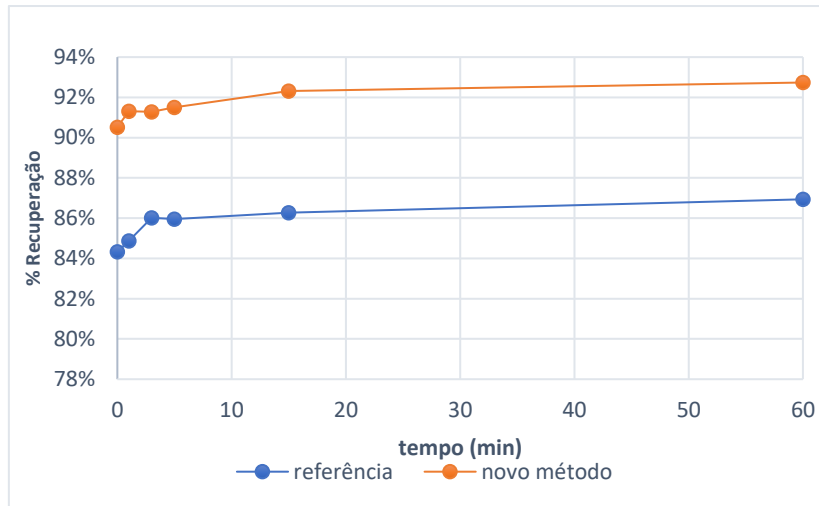


Figura C.15 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 15.

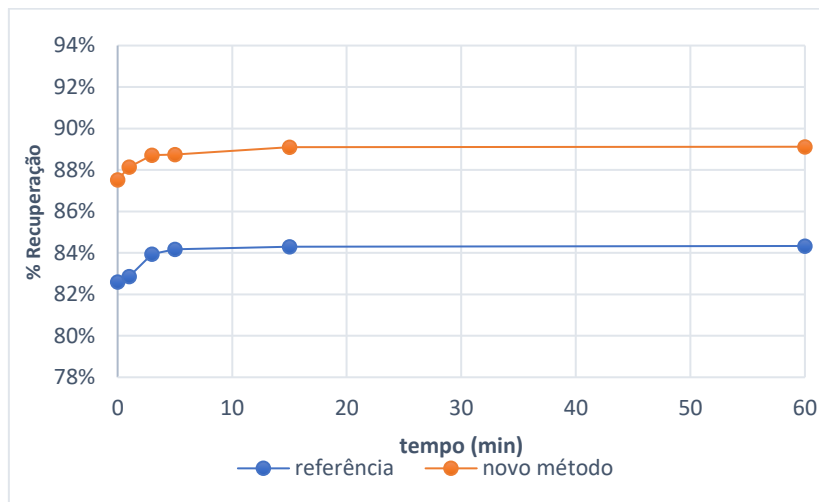


Figura C.16 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 16.

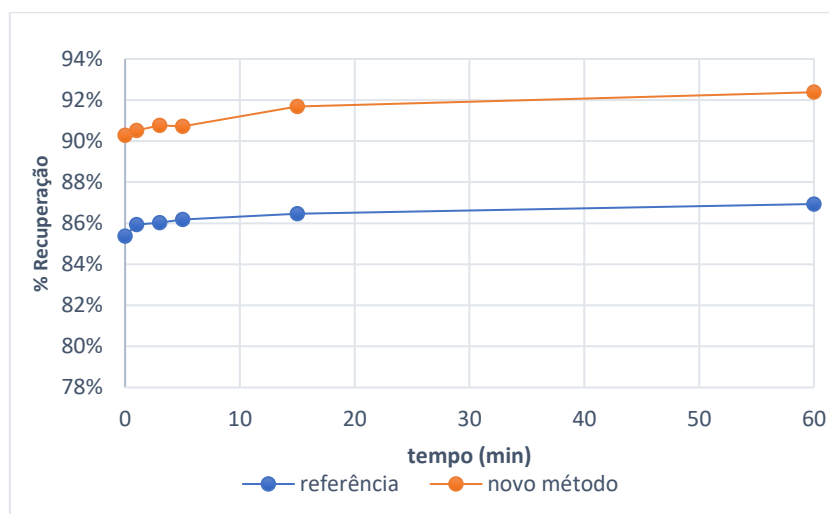


Figura C.17 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 17.

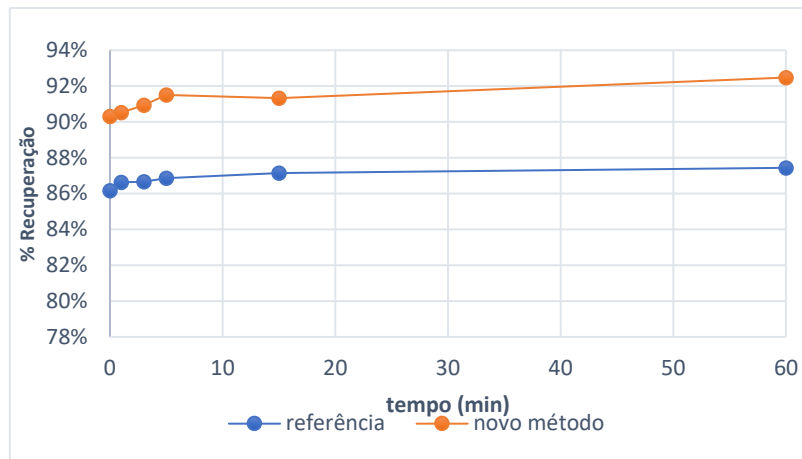


Figura C.18 – Gráfico da percentagem de recuperação em função do tempo, obtido através do método de referência e recorrendo ao novo método, para a rolha 18.

Anexo C2. Cálculo da recuperação diametral da rolha nos intervalos de tempo de [0-5], [0-15] e [0-60] min

Exemplo de cálculo para a rolha técnica tipo 1:

$$\bar{t}_{0 \text{ min}} = 20,100 \text{ mm}$$

$$\bar{t}_{5 \text{ min}} = 20,518 \text{ mm}$$

$$\bar{t}_{15 \text{ min}} = 20,597 \text{ mm}$$

$$\bar{t}_{60 \text{ min}} = 20,670 \text{ mm}$$

Então, para o intervalo de tempo de 0 a 5 minutos:

$$\begin{aligned} t_{0-5} &= \bar{t}_{5 \text{ min}} - \bar{t}_{0 \text{ min}} \\ \Leftrightarrow t_{0-5} &= 20,518 - 20,100 \\ \Leftrightarrow t_{0-5} &= 0,418 \text{ mm} \\ \Leftrightarrow t_{0-5} &= 0,418 \times 1000 = 418 \mu\text{m} \end{aligned}$$

Para o intervalo de tempo de 0 a 15 minutos:

$$\begin{aligned} t_{0-15} &= \bar{t}_{15 \text{ min}} - \bar{t}_{0 \text{ min}} \\ \Leftrightarrow t_{0-15} &= 20,597 - 20,100 \\ \Leftrightarrow t_{0-15} &= 0,497 \text{ mm} \\ \Leftrightarrow t_{0-15} &= 0,497 \times 1000 = 497 \mu\text{m} \end{aligned}$$

Para o intervalo de tempo de 0 a 15 minutos:

$$t_{0-60} = \bar{t}_{60 \text{ min}} - \bar{t}_{0 \text{ min}}$$

$$\leftrightarrow t_{0-60} = 20,670 - 20,100$$

$$\leftrightarrow t_{0-60} = 0,660 \text{ mm}$$

$$\leftrightarrow t_{0-60} = 0,660 \times 1000 = 660 \mu\text{m}$$

Anexo C3. Estudo estatístico – teste t Student à análise do ângulo de medição da recuperação da rolha natural

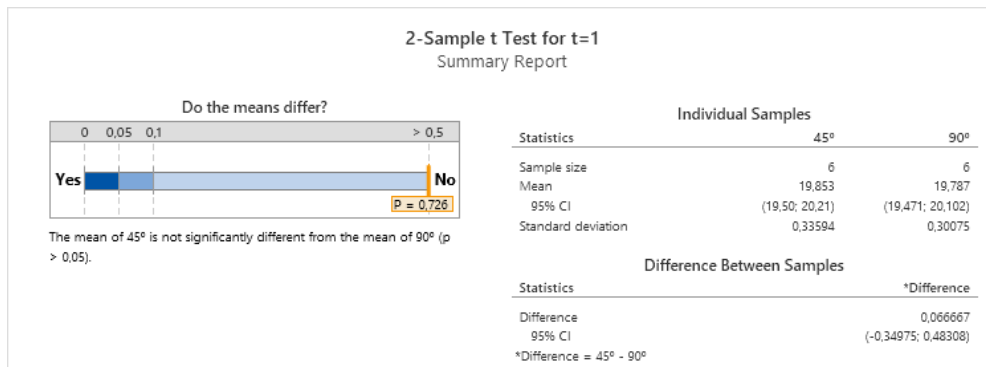


Figura C.19 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 1, para os dois métodos.

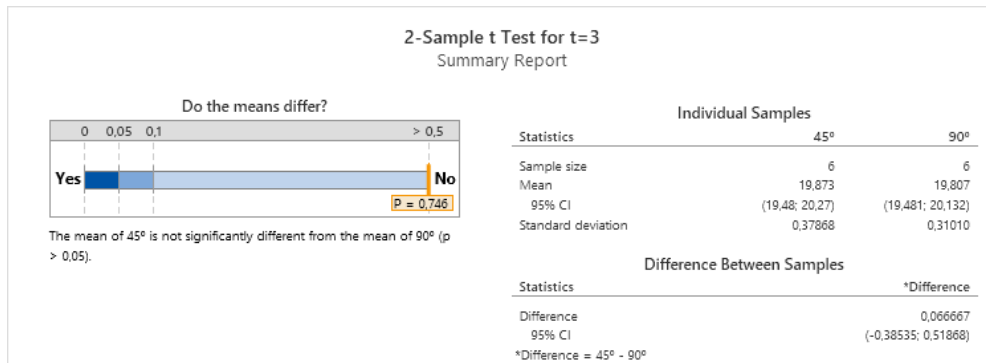


Figura C.20 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 3, para os dois métodos.

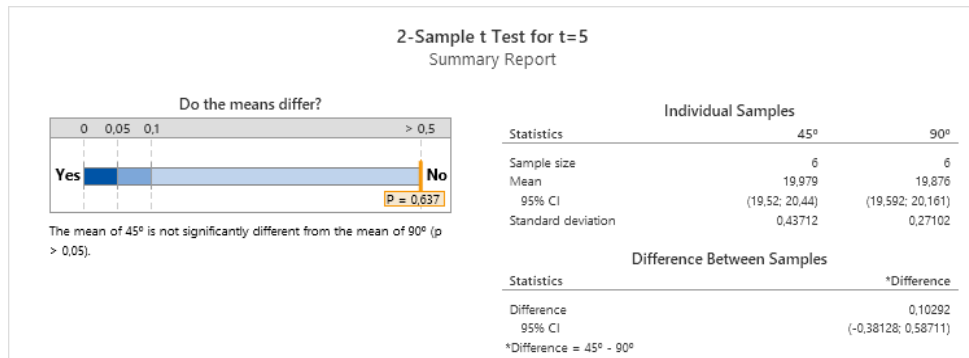


Figura C.21 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 5, para os dois métodos.

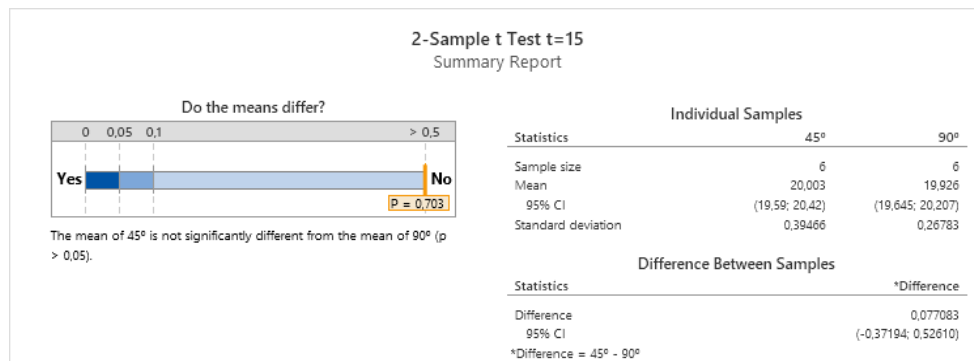


Figura C.22 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 15, para os dois métodos.

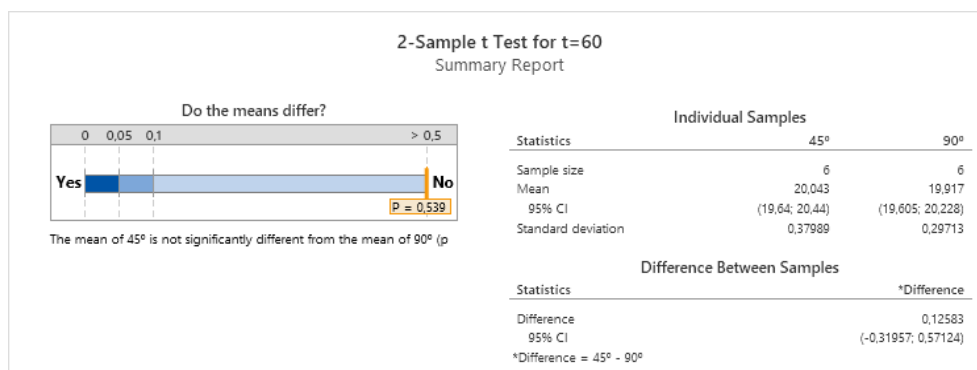


Figura C.23 – Conjunto de resultados obtidos do teste t de Student realizado às médias da recuperação obtidas pelos dois métodos, medição a 45° e média da medição a 0° e 90°, referente ao tempo 60, para os dois métodos.

Anexo C4. Descrição da metodologia tendo em vista a aquisição automática da recuperação dimensional

De forma a automatizar a obtenção da recuperação dimensional da rolha, o passo seguinte seria criar uma aplicação com as seguintes características:

- Após extrair a rolha a analisar através do ExtraLab, a aplicação deve ter um botão para iniciar a contagem do tempo no cronómetro e saber que o tempo

- total de cada análise são 15 minutos; em simultâneo, ao iniciar o tempo, deve nomear a rolha, isto é, tratando-se do primeiro ensaio, aquele vai ser o “R1”;
- Depois de colocar a rolha no suporte, deve ter outro botão para dar sinal de que a rolha já está no suporte e começar a capturar as fotografias, fazendo corresponder a primeira ao tempo 0, e tirar aos 1, 3, 5 e 15 minutos, tempo em que acaba o ensaio;
 - Guardar cada fotografia associando-as aos tempos e à respetiva rolha, isto é, ser capaz de, no momento da captação da fotografia, nomeá-la, como por exemplo, no ensaio 1, a fotografia tirada ao tempo 0 vai ser a fotografia com o nome “R1.t0”;
 - Como o suporte foi construído com possibilidade de suportar duas rolhas em simultâneo, deve estar sempre visível no ecrã um pequeno botão onde a qualquer momento se possa iniciar outro ensaio, mesmo que os anteriores não tenham terminado;
 - A aplicação deve ter o programa ImageJ incorporado e deve ser capaz de delinear a rolha e fazer a leitura do diâmetro 6 mm abaixo da extremidade de cima e 6 mm acima da extremidade de baixo, como demonstrado na Figura C.24.



Figura C.24 – Demonstração da leitura do diâmetro que a aplicação deve ser capaz de fazer.

- f) A aplicação deve ainda ser capaz de calibrar o programa através de leitura de diâmetro de uma rolha não utilizada, tendo um botão, ao abrir a aplicação, com o nome “calibração”;
- g) Para cada fotografia, o programa vai obter duas leituras de diâmetro, e deve ser capaz de fazer de imediato a sua média, obtendo-se apenas o diâmetro final dessa rolha, denominando-o, por exemplo, quando se refere ao ensaio 1, no momento 0, ou seja, à fotografia “R1.t0”, vai acrescentar “D.R1.t0”;
- h) Com os valores obtidos, deve conseguir calcular a percentagem de recuperação, dividindo pelo diâmetro inicial da rolha (diâmetro antes de inserir a rolha na garrafa, que deve estar como sendo um parâmetro, que normalmente é 24 mm, mas com a possibilidade de alterar, e terá o nome “D0”), segundo equação $\frac{D.R.t}{D_0} \times 100$, sendo que, por exemplo, para o ensaio 1, vai calcular a % de recuperação para: D.R1.t0; D.R1.t1; D.R1.t3; D.R1.t5 e D.R1.t15; onde se vão obter as recuperações da seguinte forma: Rec.R1.t0; Rec.R1.t1; Rec.R1.t3; Rec.R1.t5; Rec.R1.t15, respetivamente;
- i) Deve mostrar estes valores em formato excel e ser possível abrir no computador, sem ter de exportar os dados do telemóvel para o computador.

Anexo D. Metodologia para medição da absorção e perfil de humidade da rolha – utilização da câmara termográfica

Anexo D1. Termogramas e perfis de absorção das rolhas extraídas

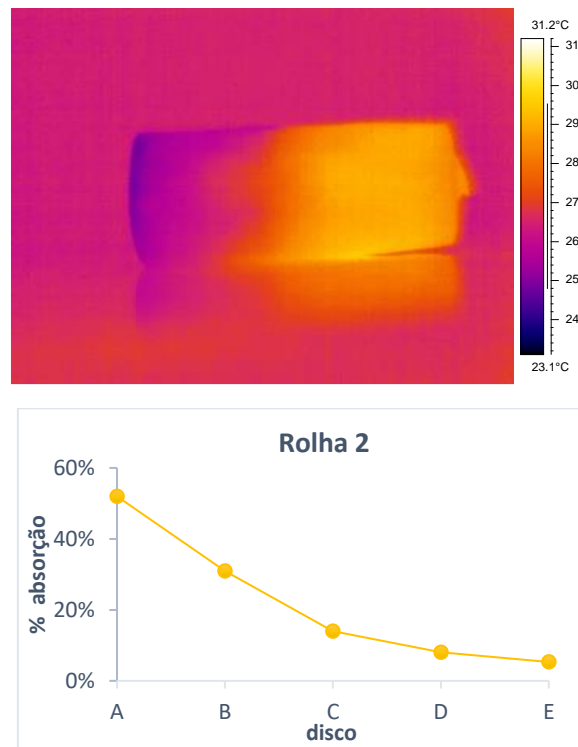


Figura D.1 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 2.

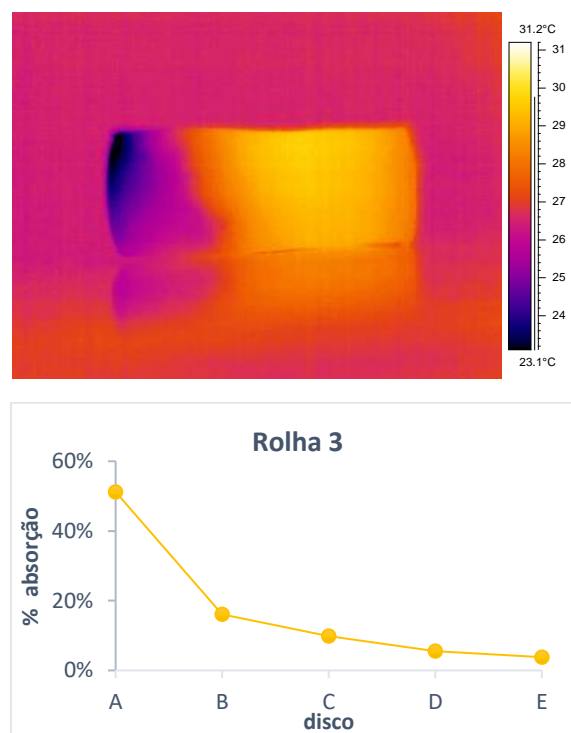


Figura D.2 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 3.

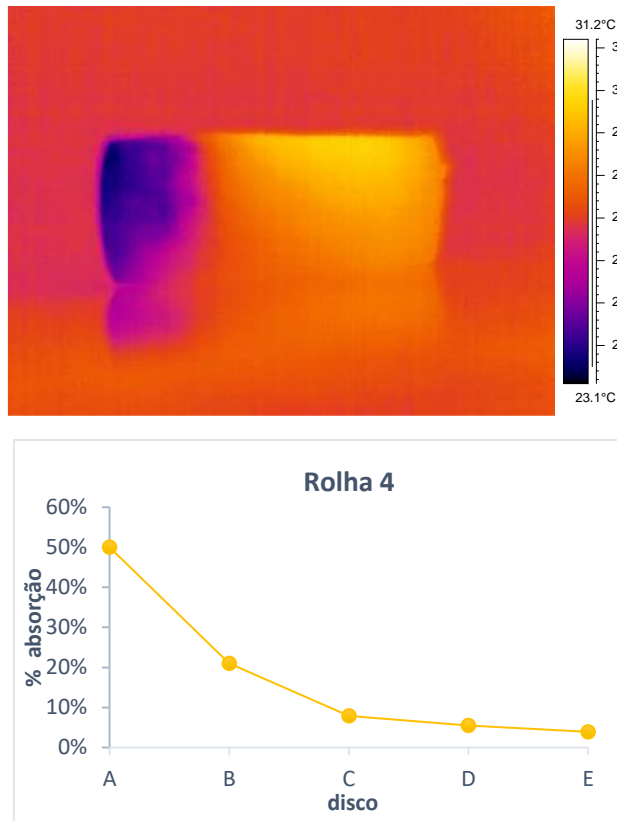


Figura D.3 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 4.

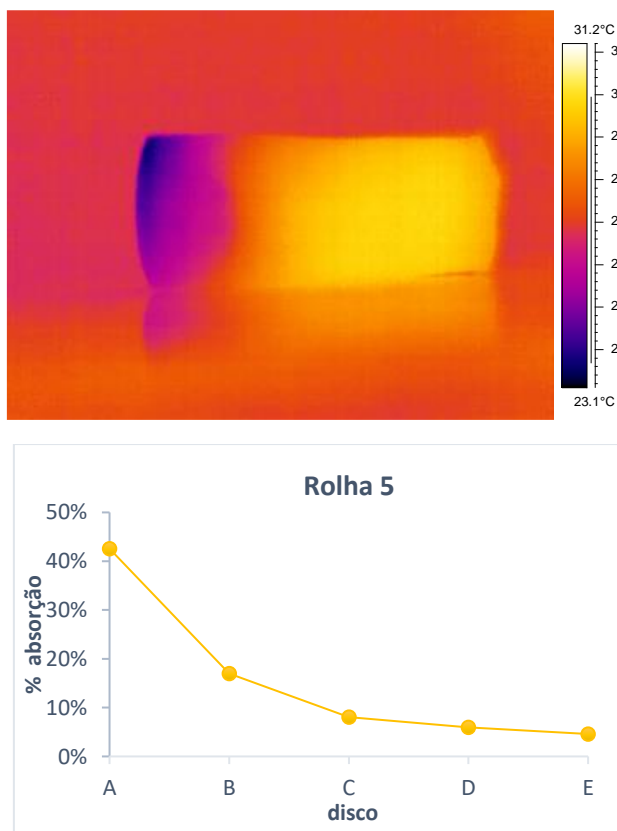


Figura D.4 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 5.

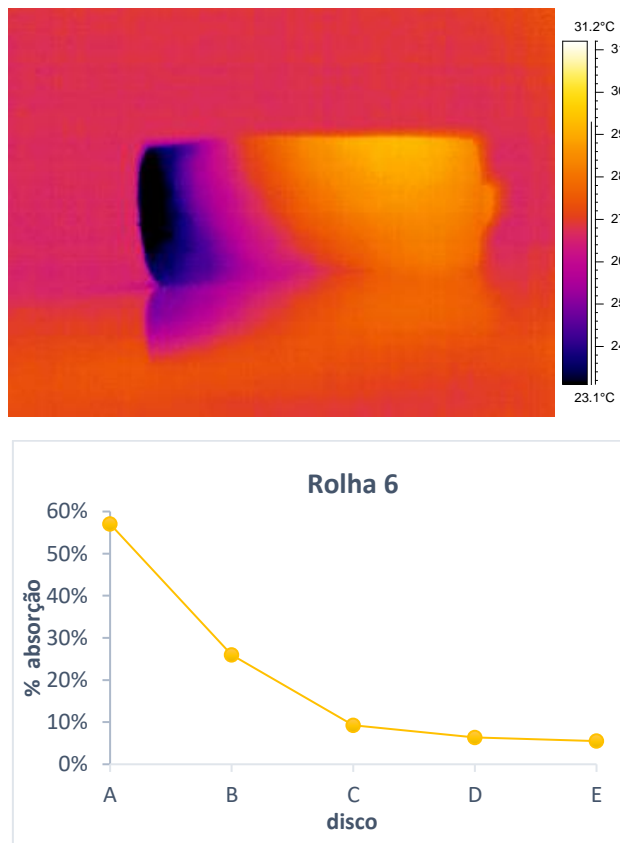


Figura D.5 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 6.

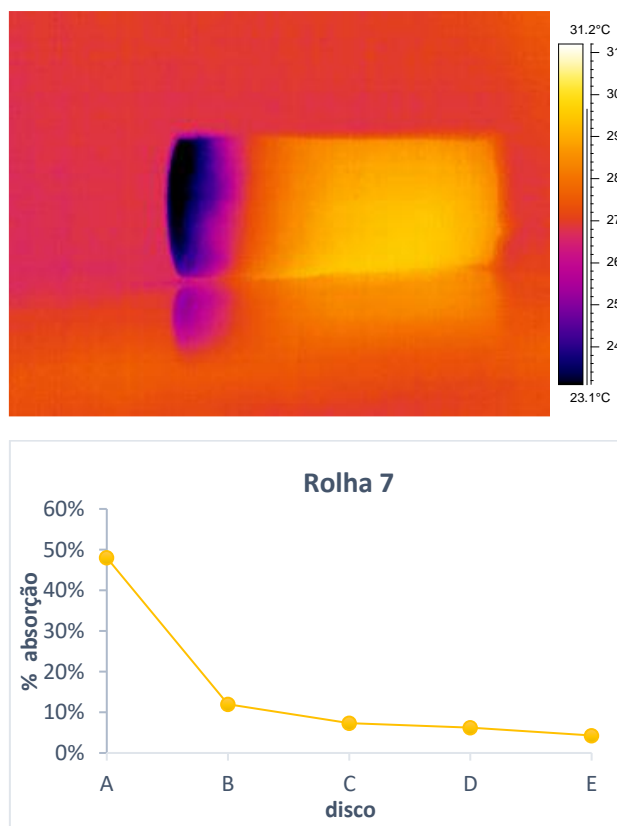


Figura D.6 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 7.

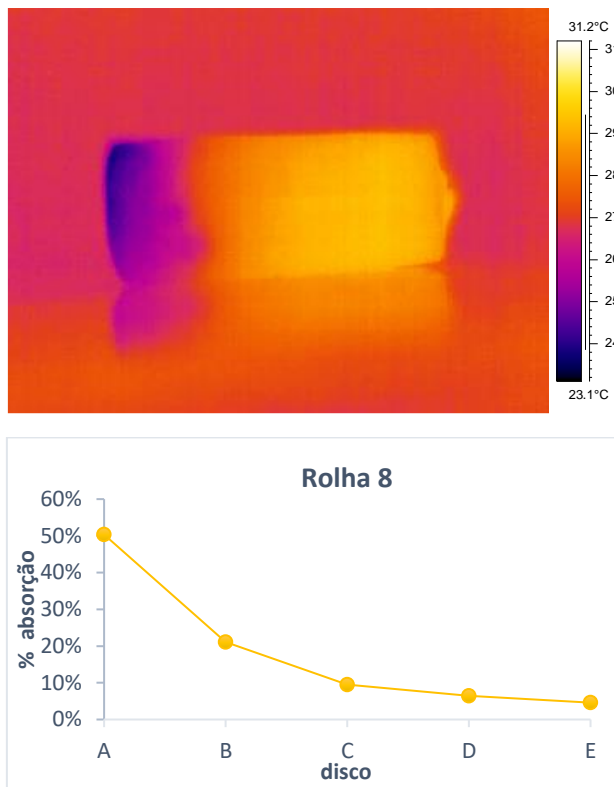


Figura D.7 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 8.

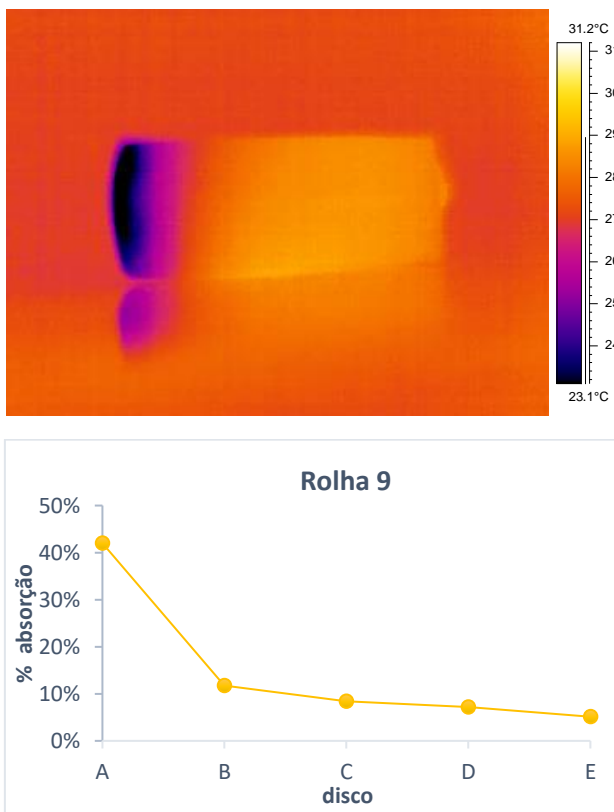


Figura D.8 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 9.

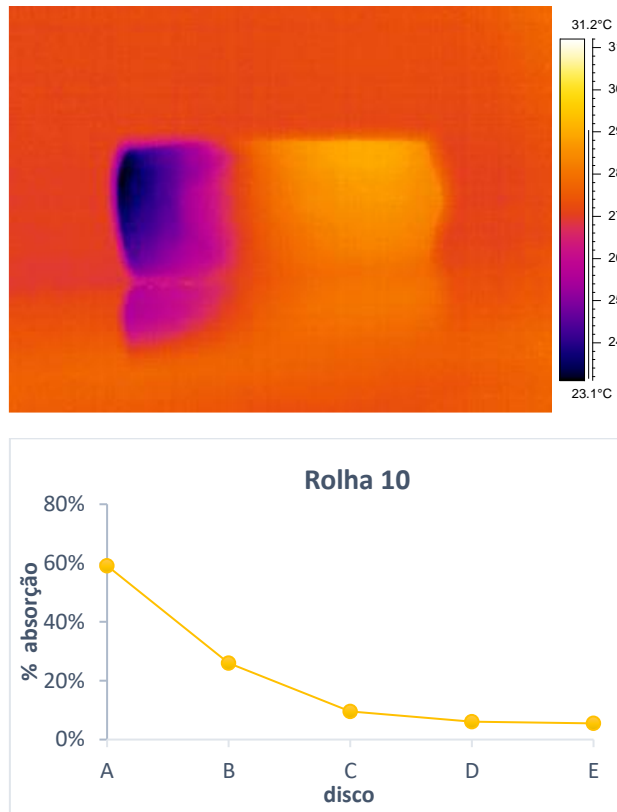


Figura D.9 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 10.

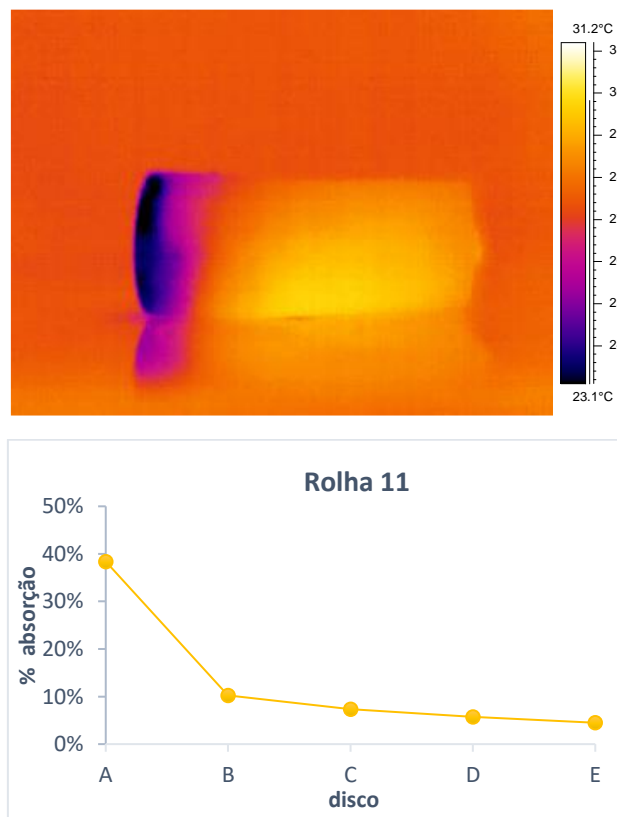


Figura D.10 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 11.

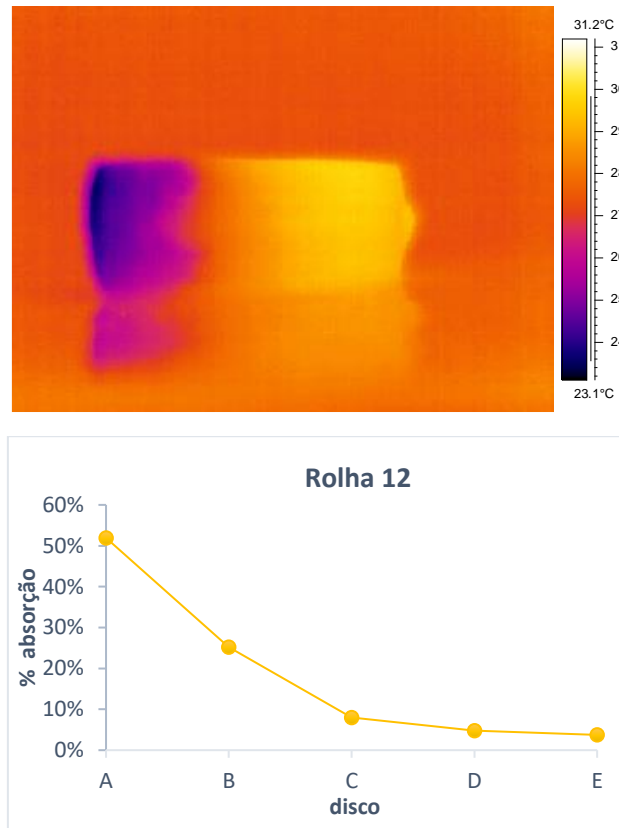


Figura D.11 – Termograma e perfil de absorção referentes à rolha 12.

Anexo D2. Gráficos do estudo do comportamento da absorção em função da temperatura

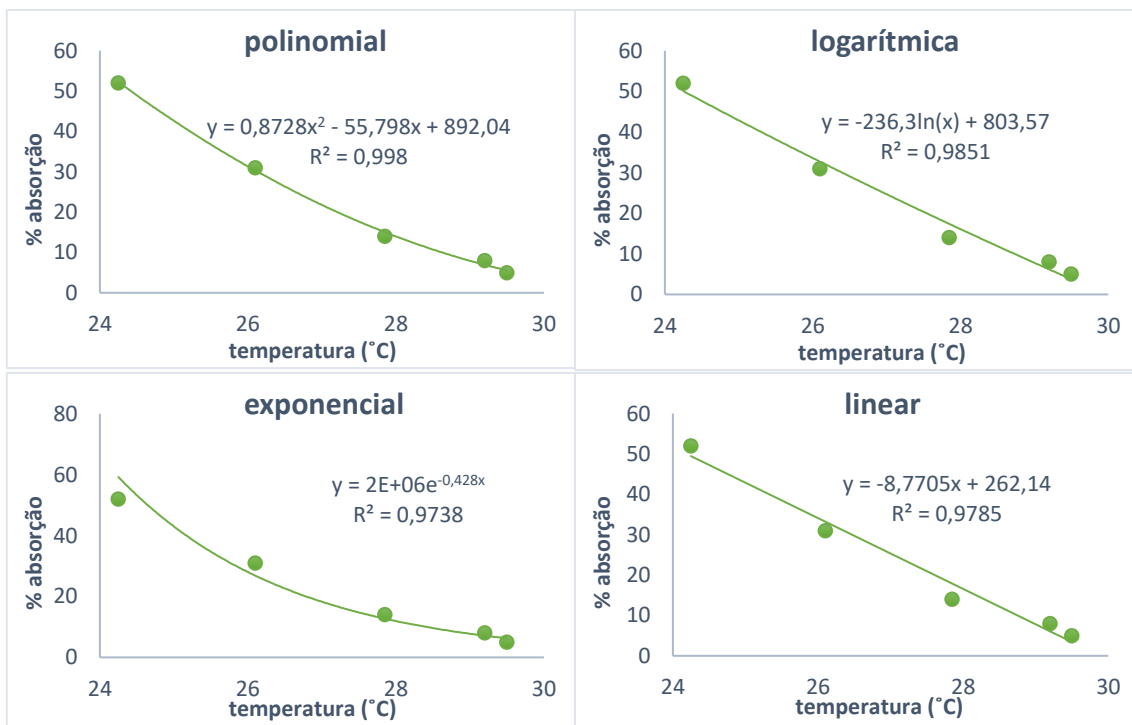


Figura D.12 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 2.

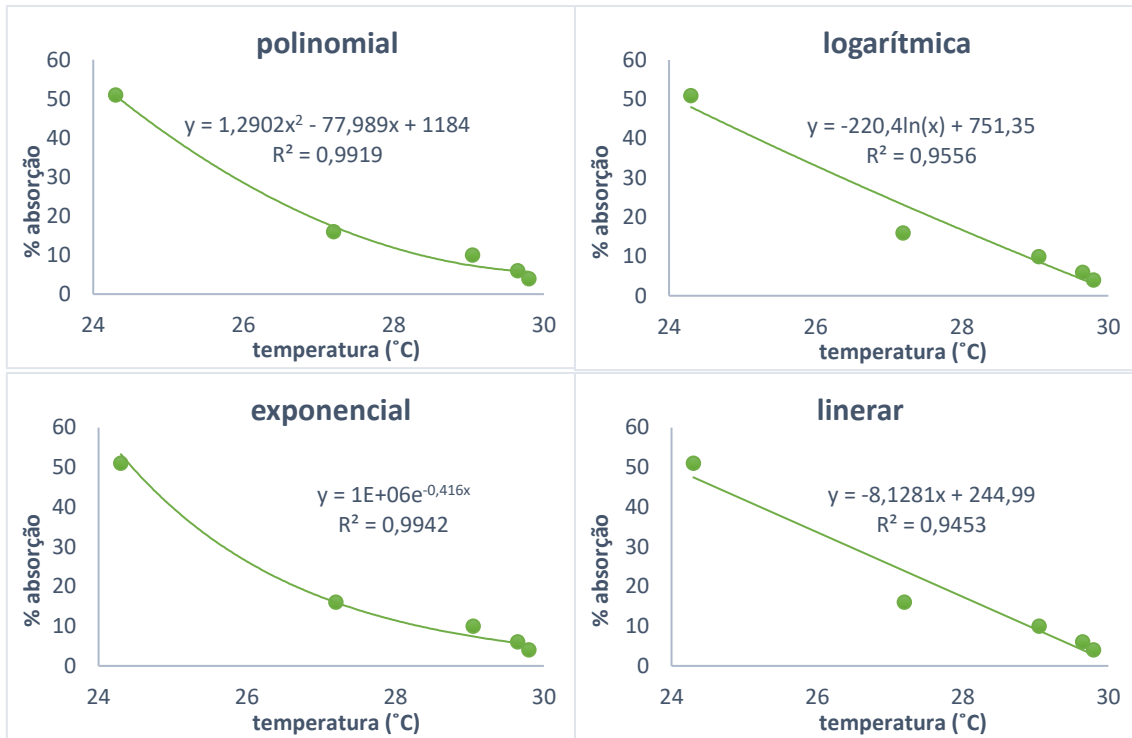


Figura D.13 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 3.

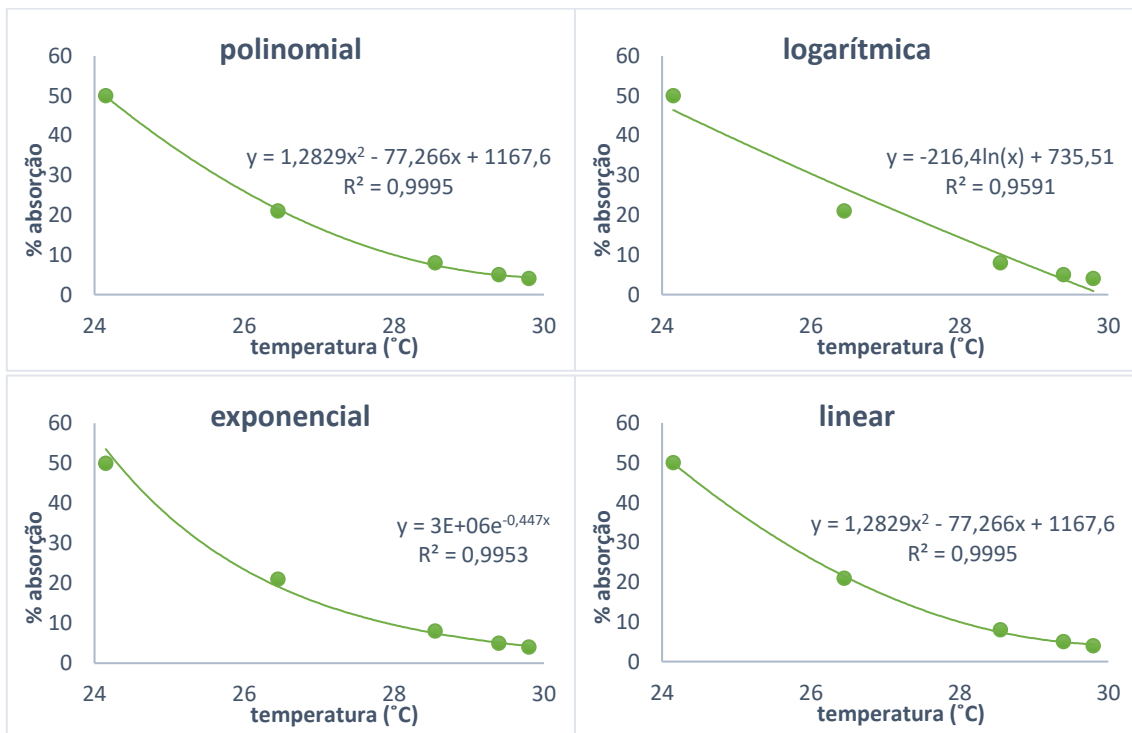


Figura D.14 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 4.

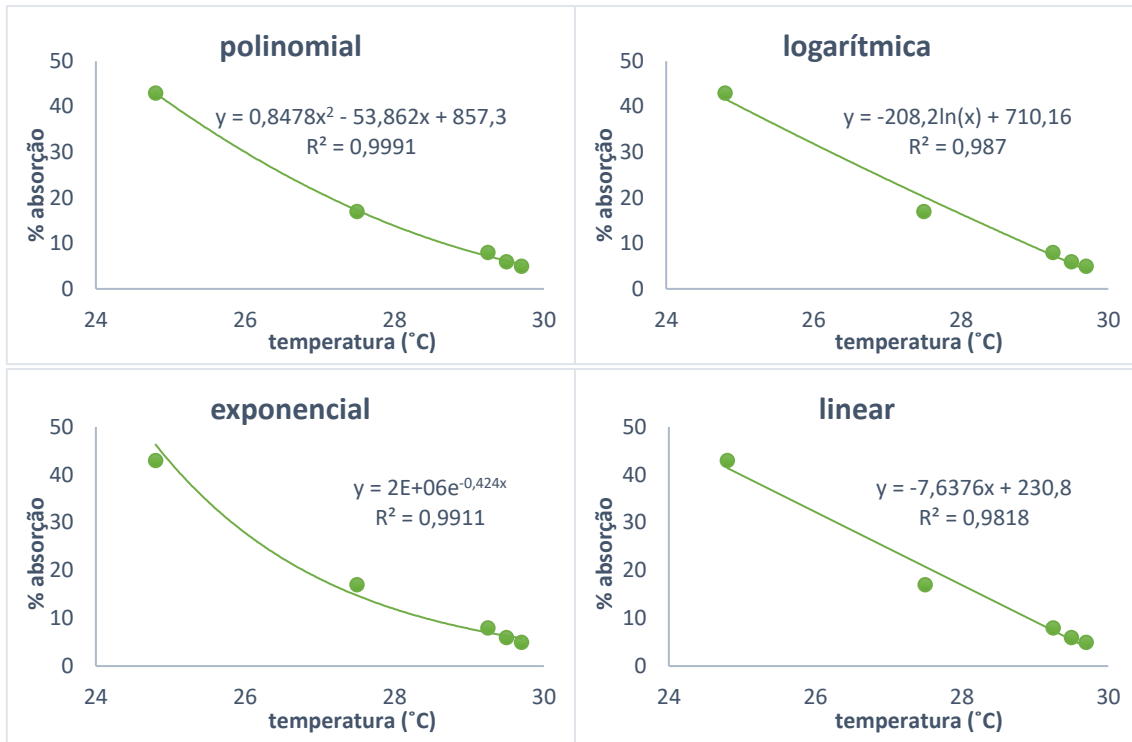


Figura D.15 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 5.

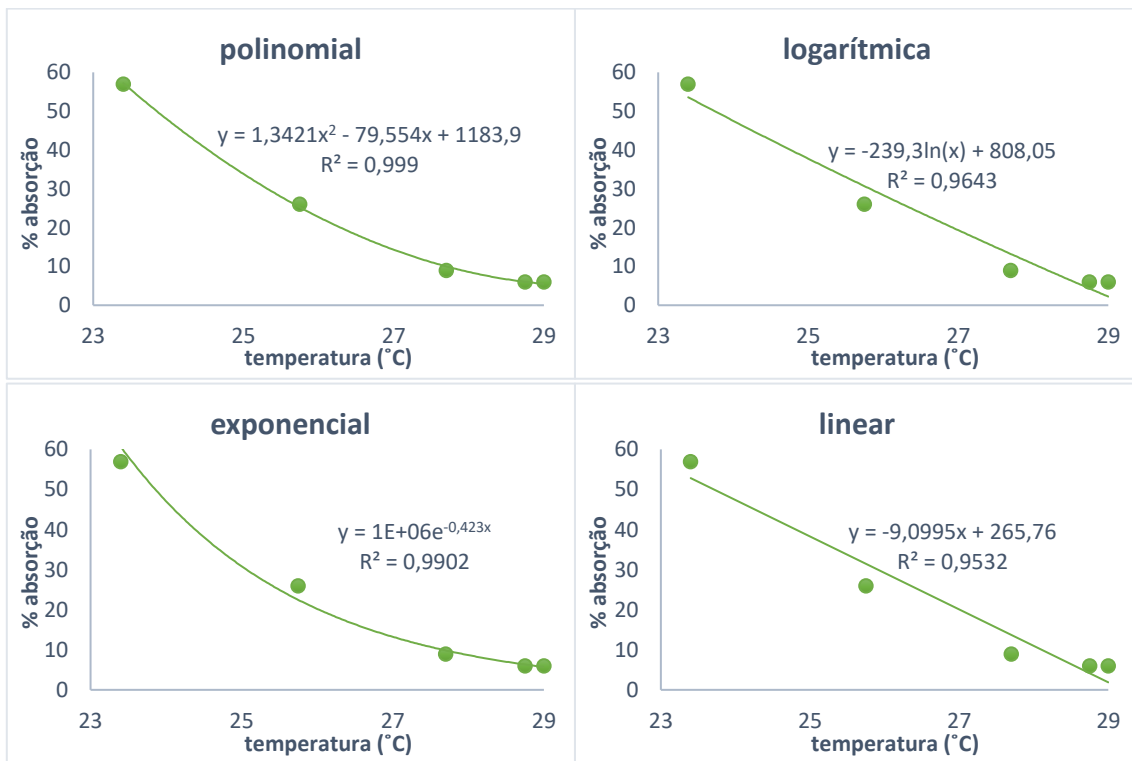


Figura D.16 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 6.

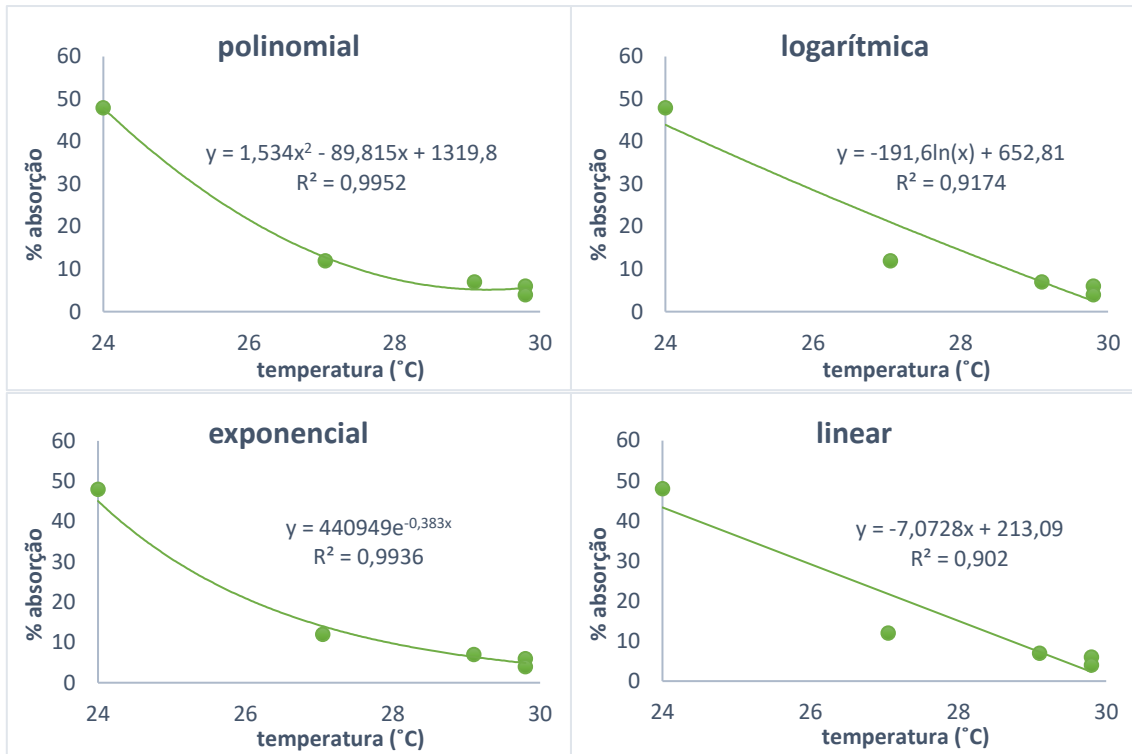


Figura D.17 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 7.

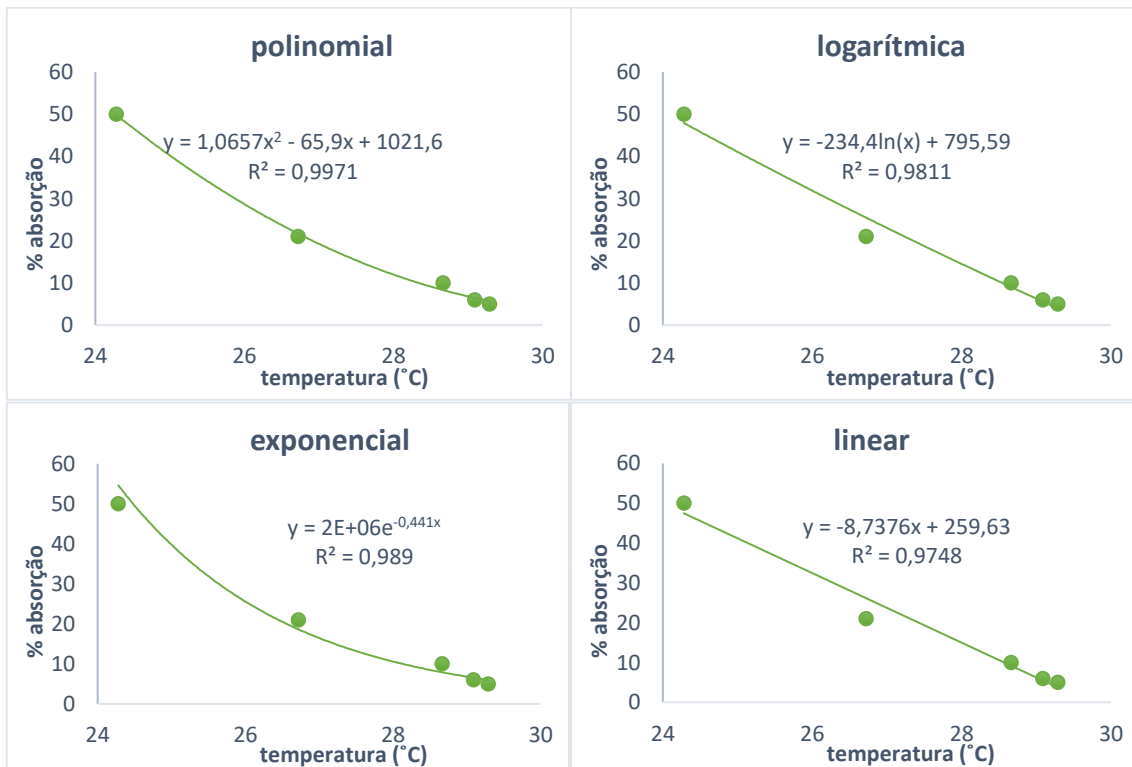


Figura D.18 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 8.

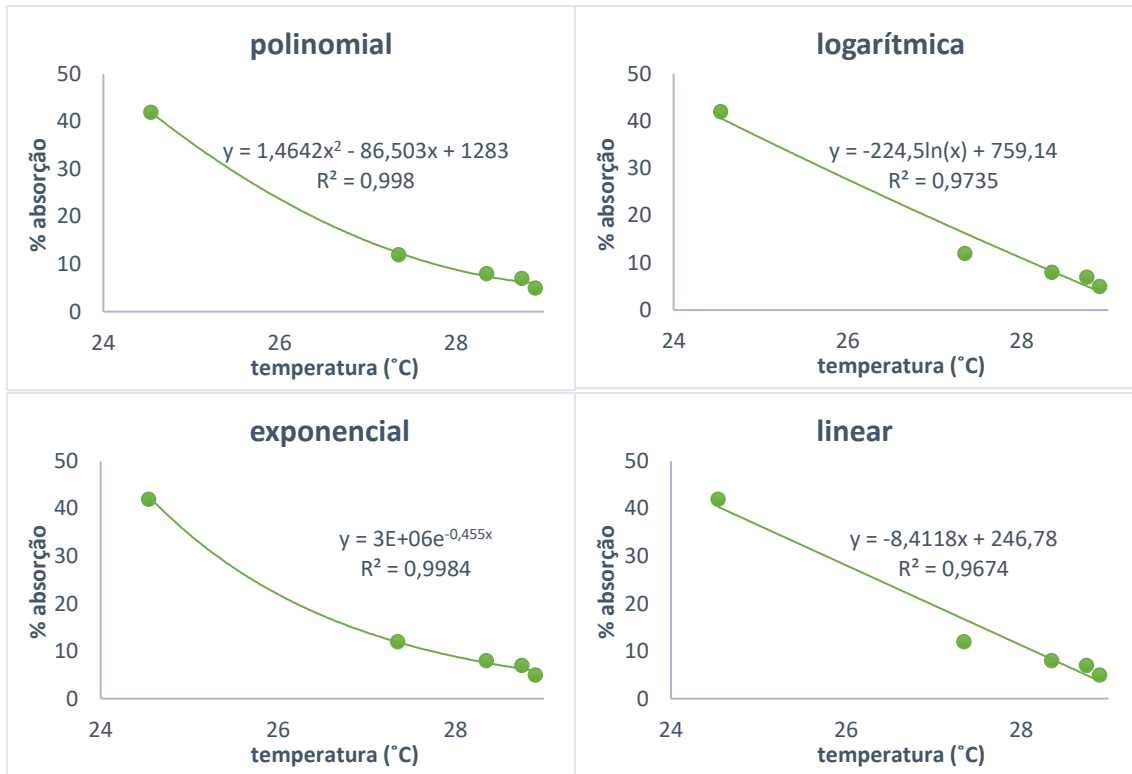


Figura D.19 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 9.

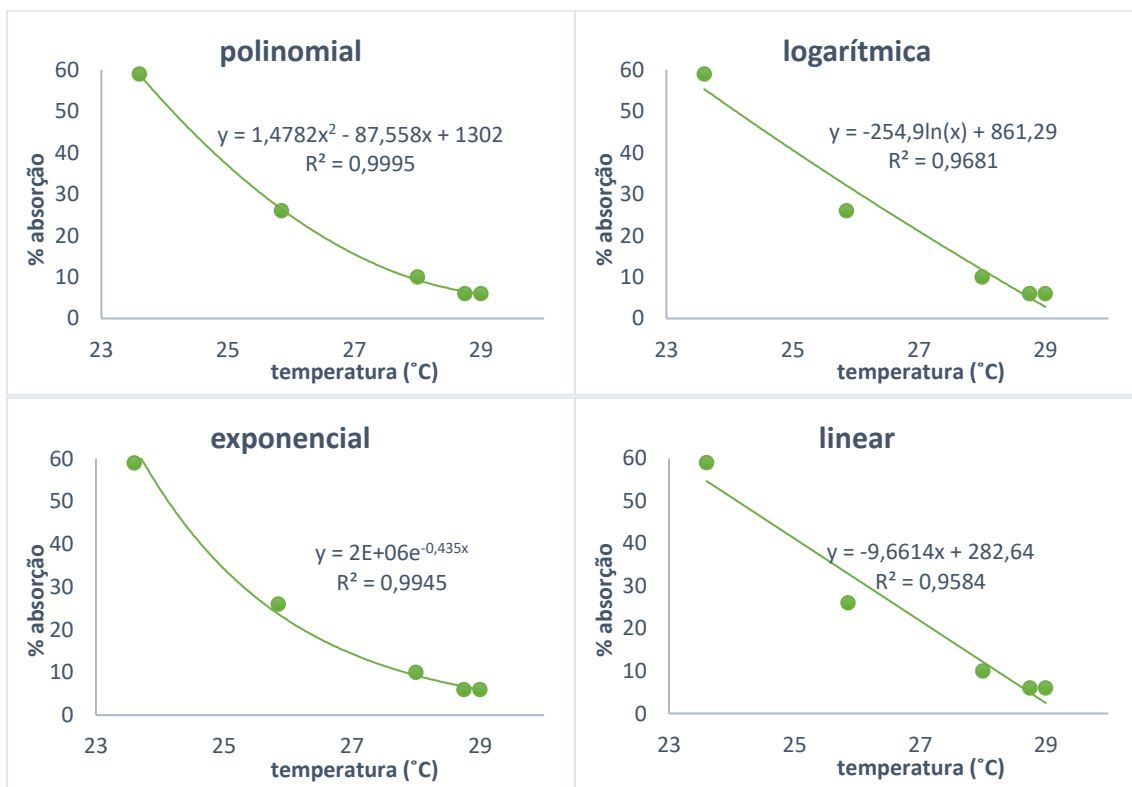


Figura D.20 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 10.

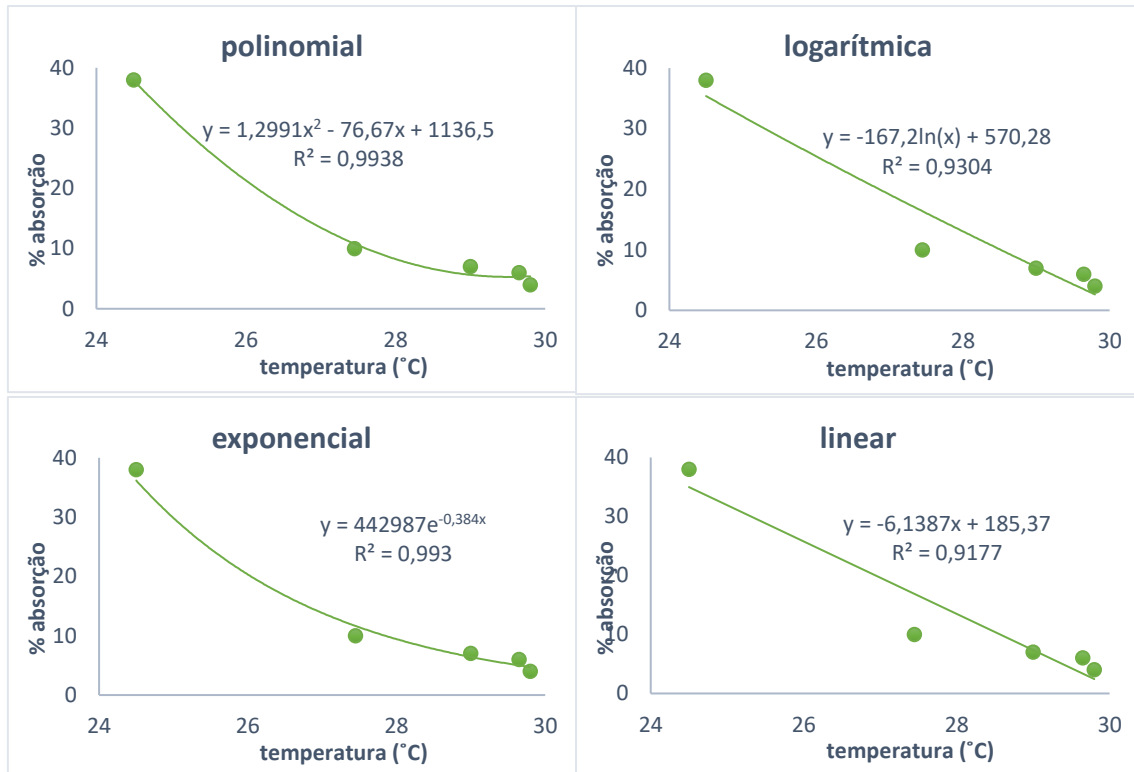


Figura D.21 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 11.

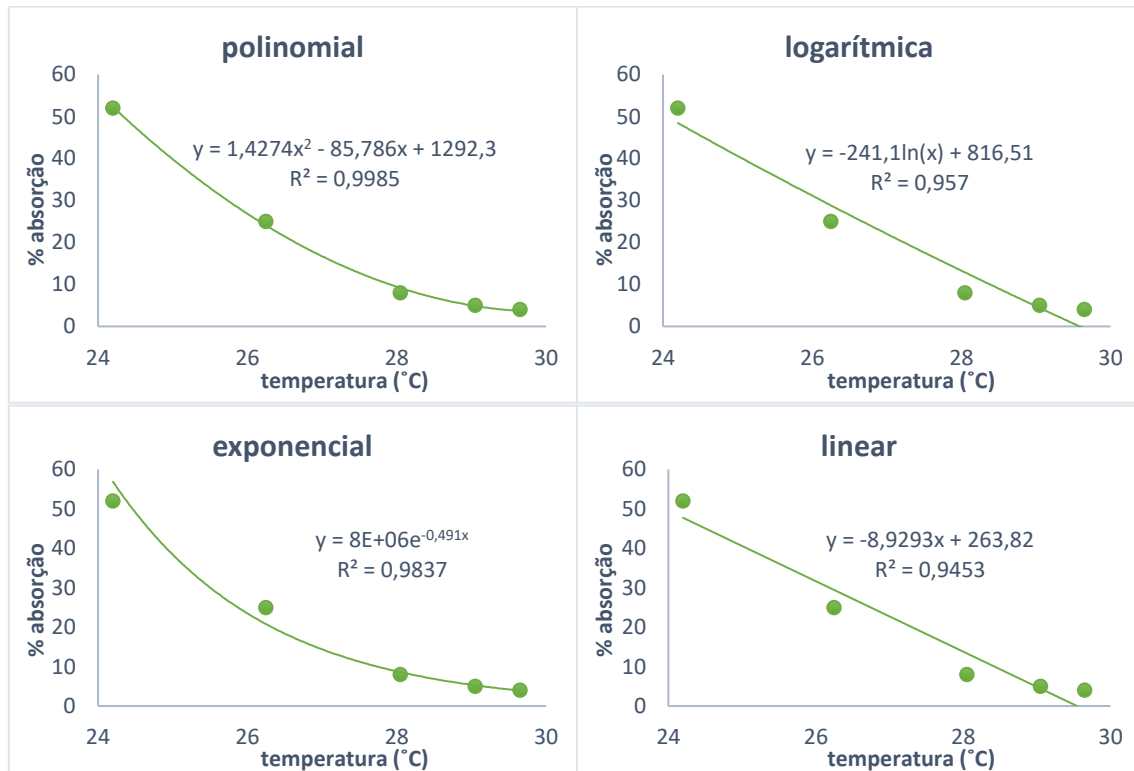


Figura D.22 – Comportamento polinomial, logarítmico, exponencial e linear, da % de absorção em função da temperatura, para a rolha 12.