



Universidade de Aveiro Departamento de Química
Ano 2021

**Ana Isabel da Silva
Ribeiro**

**Estudo do efeito da humidade no desempenho
técnico de rolhas *Naturity*®**



Universidade de Aveiro Departamento de Química
Ano 2021

**Ana Isabel da Silva
Ribeiro**

**Estudo do efeito da humidade no desempenho
técnico das rolhas *Naturity*®**

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro, para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, realizada sob a orientação científica da Doutora Maria Inês Purcell de Portugal Branco, Professora Auxiliar do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e supervisão industrial do Mestre João Vasco Serrano de Almeida, Diretor Técnico da Amorim Cork.

*“Valeu a pena? Tudo vale a pena
Se a alma não é pequena.
Quem quer passar além do Bojador
Tem que passar além da dor.
Deus no mar o perigo e o abismo deu,
Mas nele é que espelhou o céu.”*
Fernando Pessoa

Dedico este trabalho à minha família pelo incansável apoio e à memória da minha bisavó.

o júri

presidente

Professor Doutor Carlos Manuel Santos da Silva
Professor Associado do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

Professor Doutor João António Baptista Pereira de Oliveira
Professor Associado do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

Professora Doutora Maria Inês Purcell de Portugal Branco
Professora Auxiliar do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

agradecimentos

Ao concluir este trabalho, gostaria de agradecer a todas as pessoas e instituições que contribuíram para que a sua realização fosse possível.

Gostaria de começar por agradecer à Amorim Cork e à Universidade de Aveiro pela oportunidade de realizar o estágio de dissertação nesta empresa.

Ao meu orientador, João Vasco Almeida, Diretor Técnico da Amorim Cork, que foi um verdadeiro mentor estando sempre presente e disposto a ajudar ao longo de todo o estágio. Agradeço a sua valiosa compreensão, paciência, motivação, dedicação, partilha de conhecimentos e experiências e a contribuição para a minha autonomia, resiliência, assertividade, organização e gestão de tempo.

À minha orientadora da Universidade de Aveiro, Doutora Maria Inês Purcell de Portugal Branco, pela orientação científica, disponibilidade, incentivo e apoio concedido ao longo de todo o estágio.

À restante equipa da Direção Técnica, Luís Cabrita, Isabel Roseira, Telma Teixeira e Cristina Cardoso por todo o apoio, excelente ambiente de trabalho e partilha de experiências e conhecimento. Obrigada a toda a Direção Técnica por me mostrarem que existe solução ou alternativa para todos os problemas que possam surgir quando há motivação e empenho.

À Professora Nélia Silva, Doutor Paulo Lopes, Doutor Marcelo Melo, Carlos Pires e à minha irmã pela disponibilidade para me ajudar a melhorar e desenvolver competências no tratamento estatístico dos dados.

A todos os colaboradores dos laboratórios de controlo de qualidade das Unidades Industriais da Amorim Cork- Lamas (AI), De Sousa (DS), PortoCork (PTK) e Amorim Distribuição (AD) e também a todos os outros trabalhadores, com quem me cruzei e que me acompanharam desde o meu primeiro dia de estágio, pelo bom ambiente, simpatia, compreensão, ajuda na realização dos ensaios e troca de experiências e conhecimentos.

Aos meus colegas de estágio: Sofia, Erikson, Arianna, Vera, Carlos, Bruno, Rita e Rodrigo pelas conversas, desabafos, gargalhadas, peripécias, companheirismo e interajuda ao longo de todo o estágio.

Um enorme OBRIGADA aos meus pais, a toda a minha família e amigos pelos sacrifícios, por todo o apoio constante, paciência, carinho e por acreditarem sempre em mim e nunca me deixarem desistir nos momentos mais difíceis.

palavras-chave

Rolha de Cortiça *Naturity*®, Teor de Humidade, Desempenho em Garrafa, Propriedades Físico-Mecânicas, Tratamento Estatístico de Dados.

resumo

A presente dissertação foi desenvolvida no âmbito de um estágio de 8 meses na Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial de Lamas. Consistiu no estudo experimental da relação entre a humidade e o desempenho técnico das rolhas *Naturity*®, em especial o desempenho em garrafa e nas propriedades físico-mecânicas das rolhas.

As rolhas *Naturity*® são rolhas naturais às quais foi aplicado um processo de tratamento para remoção/eliminação de TCA (2,4,6-tricloroanisol) e outros compostos responsáveis por desvios sensoriais, recorrendo à dessorção térmica sob diferentes condições de temperatura, pressão e tempo. Este processo inovador provoca uma redução no teor de humidade das rolhas pelo que interessa conhecer a sua influência no desempenho da rolha. Para tal, foi realizada a monitorização de treze lotes de rolhas *Naturity*® engarrafadas em linhas de engarrafamento diferentes e a monitorização de vinte e três lotes de rolhas *Naturity*® em armazém (*stock*) na Amorim. Para avaliar o efeito do tempo em garrafa, foram realizados testes de controlo de qualidade das rolhas, após a sua extração manual ou automática ao fim de um período de monitorização bem definido (1, 3, 6 e 12 meses). A avaliação do efeito do tempo em *stock* foi dividida em duas partes: na primeira parte foi avaliado o desempenho das rolhas em garrafa após um mês; na segunda parte as propriedades físico-mecânicas das rolhas em *stock* foram avaliadas regularmente ao fim de 0,5, 1, 3 e 6 meses. A análise estatística dos resultados foi realizada usando o *Statistical Package for the Social Sciences* (SPSS®) da IBM®.

Os resultados obtidos permitiram concluir que não existe uma relação significativa entre a humidade inicial das rolhas e as variáveis de desempenho em garrafa (forças de extração e absorção) e as propriedades físico-mecânicas das rolhas (forças de extração, momento, ângulo, forças de compressão/relaxação e recuperação diametral). Deste modo, pode-se afirmar que o processo patenteado *Naturity*® remove o TCA das rolhas naturais sem afetar o seu desempenho técnico.

keywords

Naturity® cork stopper, Moisture Content, Performance in bottle , physical and mechanical Properties, Statistical treatment of the data.

abstract

This thesis was developed as part of an 8 months internship at Amorim Cork S.A.-Lamas Industrial Unit. It comprised an experimental study to relation between the humidity content and the *Naturity*® cork stoppers performance, in particular its impact on in-bottle performance and the physical and mechanical properties of the stoppers.

Naturity® are natural (i.e. non-technical) cork stoppers to which an innovative treatment process has been applied to remove/eliminate TCA (2,4,6-tricloroanisol) as well as other components responsible for sensory deviations. The treatment process is based on thermal desorption, under different conditions of temperature, pressure and time. This process causes a reduction in the humidity content of the stoppers highlighting the importance of the present study. To assess the performance of the treated in-bottle stoppers we monitored thirteen batches of winebottles from different bottling lines and twenty-three batches of wine bottles in stock at Amorim. The batches that were sold to costumers were quality checked at predetermined times after the bottling process (1,3,6 and 12 months) and the ones in stock were analyzed in two steps – the first one was the bottle performance and the second one was the physico-mechanical properties, both after 0,5, 1, 3 and 6 months. The statistical analysis of the data was done usign the Statistical Package for the Social Sciences (SPSS®) from IBM®.

The results allowed to conclude that there is no significant statistical relation between the cork stopper's initial humidity and the bottle performance variables (extraction force and absorption) and the physico-mechanical properties of the cork itself (extraction force, moment, torsion angle, compression/relaxation forces and dimensional recovery after compression). Hence, it can be said that the patented *Naturity*® process removes TCA from natural stoppers without affecting their technical performance.

Índice

Índice.....	xv
Índice de Figuras	xix
Índice de Tabelas.....	xxiii
Índice de Figuras dos Anexos	xxv
Índice de Tabelas dos Anexos	xxviii
Lista de Abreviaturas e Símbolos	xxxv
1. Enquadramento.....	1
1.1. Enquadramento e Motivação.....	1
1.1.1. Grupo Amorim, S.A.....	1
1.1.2. Tipos de Rolhas e Descontaminação de TCA.....	5
1.2. Objetivos e Estrutura da Dissertação	6
2. Introdução.....	9
2.1. Cortiça	9
2.1.1. Origem e distribuição geográfica	9
2.1.2. Tipos de Cortiça.....	9
2.1.3. Estrutura Celular	10
2.1.4. Composição Química.....	11
2.1.5. Qualidade da Cortiça.....	11
2.2. Ciclo de Vida das Rolhas	13
2.2.1. Produção das Rolhas <i>Naturity</i> [®]	13
2.2.2. Controlo de Qualidade das Rolhas	17
2.2.3. Engarrafamento	17
2.2.4. Extração pelo Consumidor	21
2.2.5. Reciclagem	21
2.3. Propriedades Físico-Mecânicas	22
2.3.1. Teor de Humidade.....	22
2.3.2. Comportamento à Compressibilidade e Elasticidade	24
2.3.3. Comportamento à Torção	26
3. Materiais e Métodos	27
3.1. Materiais	27
3.2. Metodologias	28
3.3. Métodos de Controlo	31
4. Discussão e Análise de Resultados.....	35

4.1.	Impacto da humidade de rolhas no seu desempenho em garrafa	36
4.1.1.	Efeito do Tempo em Garrafa.....	36
4.1.2.	Efeito do Tempo em <i>Stock</i>	39
4.2.	Impacto da humidade das rolhas nas suas propriedades físico mecânicas.....	47
5.	Conclusões.....	53
5.1.	Outros Trabalhos Realizados.....	54
5.2.	Perspetivas de Trabalhos Futuros	55
	Bibliografia	57
	Anexos.....	61
	Anexo A: Tipos de Rolhas	61
	Anexo B: Fluxogramas para a Análise Estatística	65
	Anexo C: Impacto da Humidade no seu desempenho em garrafa- Efeito do Tempo em Garrafa.....	67
	Anexo D: Impacto da Humidade no seu desempenho em garrafa- Efeito do Tempo em <i>Stock</i>	77
	Anexo E: Impacto da Humidade nas suas Propriedades Físico-Mecânicas- Efeito do Tempo em <i>Stock</i>	108
	Anexo F: Estudo da variação da Humidade em diversas Embalagens ao longo do tempo.....	163

Índice de Figuras

Figura 1 - Áreas de Atividade do Grupo Américo Amorim, as Unidades de Negócio, as Unidades Industriais da Amorim Cork e as suas respetivas atividades.	3
Figura 2 - Diagrama Causa e Efeito sobre o Desempenho das Rolhas <i>Naturity</i> [®]	7
Figura 3 - Distribuição (%) da localização do montado e área de montado (hectares) em cada país, adaptado de [9].....	9
Figura 4 - Representação das partes que compõem a cortiça, adaptado de [14].....	10
Figura 5 - Representação esquemática da estrutura celular da cortiça segundo diferentes direções e secções, adaptado de [14].	11
Figura 6 - Secção tangencial de amostras de cortiça com diferentes porosidades (A) e Secção transversal de uma amostra de cortiça (B), adaptado de [1] e de [3] , respetivamente.	12
Figura 7 – Diagrama do fluxo de produção das rolhas naturais com a especificação do processo <i>Naturity</i> [®]	13
Figura 8 - Esquema de um gargalo e o respetivo perfil interno CE.T.I.E., adaptado de [25].	18
Figura 9 - Equipamento da Máquina de Engarrafar, adaptado de [24].....	20
Figura 10 - Representação gráfica de um processo de adsorção/dessorção em condições isotérmicas, adaptado de [29].	24
Figura 11 – Curvas experimentais correspondentes à compressão radial (R) e à compressão não-radial (NR), onde ϵ é a extensão (MPa) e σ é a tensão (%), adaptado de [3].	25
Figura 12 – Ilustração das classes de rolhas utilizadas nos ensaios realizados.	27
Figura 13 - Esquematização da Metodologia da Monitorização dos 13 Lotes <i>Naturity</i> [®] engarrafados em cliente.	29
Figura 14 - Esquematização da Metodologia da Monitorização dos 23 Lotes <i>Naturity</i> [®] em stock, no seu desempenho em garrafa (primeira parte).	30
Figura 15 - Esquematização da Metodologia da Monitorização dos 23 Lotes <i>Naturity</i> [®] em stock, na avaliação das propriedades físico-mecânicas das rolhas (segunda parte).	30
Figura 16 - Medcork (A) e Higrómetros KPM <i>Aqua-Boy</i> KOM I de quatro e de dois elétrodos (B e C) e KOM II de quatro elétrodos (D).	32
Figura 17 - Equipamentos utilizados na mediação das forças de extração automática (<i>Mecmesin-A</i>), na extração manual (saca-rolhas duplo impulso-B) e no arrolhamento nos diferentes ensaios (Arrolhada <i>Epsilon R/S</i> , da <i>Bertolaso-C</i>).	32

Figura 18 - Equipamento utilizado para a realização do ensaio de torção (Torsiómetro, <i>Torsilab-A</i>), para o ensaio de vedação ao líquido (carrossel de vedação-B) e para o ensaio de Compressão/Relaxação (C).	34
Figura 19 - Representação de uma caixa de bigodes ou <i>box-plot</i> , adaptado de [37].	35
Figura 20 - Evolução da humidade (%) em função do tempo em garrafa (meses) nos diferentes ensaios de rolhas <i>Naturity</i> [®] , ensaios 1, 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.	36
Figura 21 - Evolução da absorção (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo em garrafa, para os ensaios 2, 3.A, 3.B, 3.C e 4.....	37
Figura 22 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas ao longo do tempo em garrafa, os ensaios 1, 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.	37
Figura 23 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I. (à direita).....	40
Figura 24 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).....	40
Figura 25 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios X e Y.	40
Figura 26 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I (à direita).	41
Figura 27 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).....	41
Figura 28 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios X e Y.....	42
Figura 29 - Evolução da força de extração (daN) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I (à direita).	42
Figura 30 - Evolução das forças de extração (daN) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).	43
Figura 31 - Evolução das forças de extração (daN) em função do tempo em <i>stock</i> (meses) nos ensaios X e Y.....	43
Figura 32 - Evolução da humidade (%) (à esquerda) e das forças de extração (daN) (à direita) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	48
Figura 33 - Evolução do momento (daN cm) (à esquerda) e do ângulo (°) (à direita) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	49
Figura 34 - Evolução da força de compressão (daN) (à esquerda) e da força de relaxação (daN) (à direita) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	49

Figura 35 - Evolução da recuperação diametral da compressão/relaxação (%) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	50
Figura 36 - Evolução da recuperação diametral instantânea (%) (à esquerda) e após 5 minutos (%) (à direita) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	50
Figura 37 - Evolução da recuperação diametral após 1 h (%) (à esquerda) e após 24 h (%) (à direita) em função do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	50

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Certificações nas diferentes Unidades Industriais da Amorim Cork, adaptado de [7].	2
Tabela 2 - Caracterização das rolhas de cortiça naturais usadas na monitorização dos cinco lotes de rolhas <i>Naturity</i> ® engarrafadas em cliente	27
Tabela 3 - Caracterização das rolhas de cortiça naturais usadas na monitorização dos 14 lotes de rolhas <i>Naturity</i> ® em <i>stock</i>	28
Tabela 4 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados da humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em garrafa (t_i , onde $i = 1, 3, 6$ ou 12 meses), para os ensaios analisados. Teste de hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).	38
Tabela 5 – Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em <i>stock</i> (S_i , onde $i = 1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios B, C e D. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).	44
Tabela 6 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em <i>stock</i> (S_i , onde $i = 1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios G, H e I. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).	44
Tabela 7 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em <i>stock</i> (S_i , onde $i = 1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios M, N e O. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$)..	44
Tabela 8 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em <i>stock</i> (S_i , onde $i = 1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios R, S e T. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).	45
Tabela 9 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em <i>stock</i> (S_i , onde $i = 1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios X e Y. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).	45
Tabela 10 – Especificações dos testes de controlo das propriedades físico-mecânicas.	48

Índice de Figuras dos Anexos

Figura B. 1 - Fluxograma para os Testes de Correlação [37].	65
Figura B. 2 - Fluxograma para os Testes de Hipóteses para Amostras Emparelhadas [37]... ..	65
Figura B. 3 - Fluxograma para Testes de Hipóteses para Amostras Independentes [37].....	66
Figura C. 1 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.....	68
Figura C. 2 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.....	68
Figura C. 3 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.	69
Figura D. 1 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.	80
Figura D. 2 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.	81
Figura D. 3 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.....	81
Figura D. 4 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.....	81
Figura D. 5 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.....	82
Figura D. 6 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.....	82
Figura D. 7 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) ambiente nos ensaios M, N e O.....	82
Figura D. 8 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios M, N e O.....	83
Figura D. 9 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios M, N e O.....	83
Figura D. 10 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.....	83

Figura D. 11 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.	84
Figura D. 12 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.	84
Figura D. 13 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.	84
Figura D. 14 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.	85
Figura D. 15 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.	85
Figura E. 1 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios B, C e D.	108
Figura E. 2 - Evolução do momento (daN cm), à esquerda, e ângulo (°), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios B, C e D.	108
Figura E. 3 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios B, C e D.	109
Figura E. 4 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios B, C e D.	109
Figura E. 5 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios G, H e I.	109
Figura E. 6 - Evolução do momento (daN cm), à esquerda, e do ângulo (°), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios G, H e I.	110
Figura E. 7 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios G, H e I.	110
Figura E. 8 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios G, H e I.	110
Figura E. 9 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios X e Y.	111
Figura E. 10 - Evolução do momento (daN cm), à esquerda, e do ângulo (°), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios X e Y.	111
Figura E. 11 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em <i>stock</i> (meses), nos ensaios X e Y.	111

Figura E. 12 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios X e Y. 112

Figura F. 1 - Comparação da humidade das rolhas nos diferentes tipos de embalagem ao longo do tempo. 163

Figura F. 2 - Representação da Temperatura e Humidade Relativa a que as diferentes embalagens estiveram sujeitas (médias). 165

Índice de Tabelas dos Anexos

Tabela A. 1 - Tipos de Rolhas produzidos na Amorim Cork [5].	61
Tabela C. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade inicial e final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios analisados.....	67
Tabela C. 2 - Evolução da humidade ao longo do tempo em garrafa, para os ensaios 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.....	68
Tabela C. 3 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo para todos os ensaios analisados.	69
Tabela C. 4 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 1.	70
Tabela C. 5 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 2.	71
Tabela C. 6 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.A.	72
Tabela C. 7 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.B.	73
Tabela C. 8 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.C.	74
Tabela C. 9 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 4.	75
Tabela C. 10 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 5.	76
Tabela D. 1 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios B, C e D.	77
Tabela D. 2 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios G, H e I.	77

Tabela D. 3 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios M, N e O.....	78
Tabela D. 4 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios R, S e T.	78
Tabela D. 5 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em <i>stock</i> , nos ensaios X e Y.....	78
Tabela D. 6 - Evolução da humidade ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios B, C e D.	79
Tabela D. 7 - Evolução da humidade ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios G, H e I.	79
Tabela D. 8 - Evolução da humidade ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios M, N e O.	79
Tabela D. 9 - Evolução da humidade ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios R, S e T.	80
Tabela D. 10 - Evolução da humidade ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios X e Y.	80
Tabela D. 11 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios B, C e D.	85
Tabela D. 12 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios G, H e I.	86
Tabela D. 13 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (DaN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios M, N e O.	86
Tabela D. 14 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios R, S e T.	86
Tabela D. 15 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios X e Y.....	87
Tabela D. 16 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio B.	88

Tabela D. 17 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio C.	89
Tabela D. 18 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio D.	90
Tabela D. 19 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio G.	91
Tabela D. 20 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio H.	92
Tabela D. 21 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio I.	93
Tabela D. 22 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio M.	95
Tabela D. 23 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio N.	96
Tabela D. 24 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio O.	97
Tabela D. 25 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio R.	99
Tabela D. 26 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio S.	100
Tabela D. 27 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio T.	101
Tabela D. 28 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio X.	103
Tabela D. 29 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio Y.	104
Tabela D. 30 - Comparação entre os Ensaios B, C e D para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	105
Tabela D. 31 - Comparação entre os Ensaios G, H e I para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	105
Tabela D. 32 - Comparação entre os Ensaios M, N e O para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	106
Tabela D. 33 - Comparação entre os Ensaios R, S e T para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	106

Tabela D. 34 - Comparação entre os Ensaios X e Y para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	107
Tabela E. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios B, C e D.	112
Tabela E. 2 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios G, H e I.	113
Tabela E. 3 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios M, N e O.	114
Tabela E. 4 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios X e Y.....	115
Tabela E. 5 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios B, C e D.	116
Tabela E. 6 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios G, H e I.	117
Tabela E. 7 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios X e Y.	117
Tabela E. 8 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios M, N e O.....	118
Tabela E. 9 - Resultados obtidos do valor de p para a força de compressão (daN), força de relaxação (daN) e recuperação diametral ao longo do tempo em <i>stock</i> , para os ensaios M, N e O.	118
Tabela E. 10 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em <i>stock</i> , nos Ensaios B, C e D.	119
Tabela E. 11 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de um mês em <i>stock</i> , nos Ensaios B, C e D.	120

Tabela E. 12 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , nos Ensaios B, C e D.....	121
Tabela E. 13 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios B.	122
Tabela E. 14 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios B.	123
Tabela E. 15 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios C.	125
Tabela E. 16 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios C.	126
Tabela E. 17 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios D.....	127
Tabela E. 18 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios D.....	129
Tabela E. 19 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em <i>stock</i> , nos Ensaios G, H e I.	130
Tabela E. 20 –Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , nos Ensaios G, H e I.	131
Tabela E. 21 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios G.....	132
Tabela E. 22 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios G.....	133
Tabela E. 23 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios H.....	134
Tabela E. 24 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios H.....	135
Tabela E. 25 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios I.	136
Tabela E. 26 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , nos Ensaios I.	137
Tabela E. 27 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em <i>stock</i> , nos Ensaios M, N e O.	139
Tabela E. 28 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de um mês em <i>stock</i> , nos Ensaios M, N e O.	140

Tabela E. 29 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio M.....	141
Tabela E. 30 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio M.....	142
Tabela E. 31 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio N.....	143
Tabela E. 32 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio N.....	144
Tabela E. 33 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio O.....	145
Tabela E. 34 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio O.....	146
Tabela E. 35 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio M.	147
Tabela E. 36 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio M.	148
Tabela E. 37 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio N.....	149
Tabela E. 38 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio N.....	150
Tabela E. 39 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio O.....	151
Tabela E. 40 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio O.....	152
Tabela E. 41 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em <i>stock</i> , nos Ensaios X e Y.....	153
Tabela E. 42 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em <i>stock</i> , no Ensaio X.	154
Tabela E. 43 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio X.	155
Tabela E. 44 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio X.	156
Tabela E. 45 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio Y.....	157

Tabela E. 46 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em <i>stock</i> , no Ensaio Y.....	158
Tabela E. 47 - Comparação entre os Ensaios B, C e D para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	159
Tabela E. 48 - Comparação entre os Ensaios G, H e I para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	160
Tabela E. 49 - Comparação entre os Ensaios M, N e O para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	161
Tabela E. 50 - Comparação entre os Ensaios X e Y para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em <i>stock</i>	162
Tabela F. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%) para cada tipo de embalagem ao longo tempo.	163
Tabela F. 2 - Resultados obtidos do valor de p da humidade para cada tipo de embalagem ao longo tempo.	164
Tabela F. 3 - Resultados obtidos do valor de p entre os diferentes tipos de embalagem. .	164

Lista de Abreviaturas e Símbolos

Abs	Absorção	%
AD	Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial Amorim Distribuição	
AI	Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial de Lamas	
CE.T.I.E.	Centro Técnico Internacional do Engarrafamento (do inglês, <i>International Technical Center for Bottling</i>)	
CHK	Amorim Cork S.A.- Unidade industrial ChampCork	
CIPR	Código Internacional de Práticas Rolheiras	
Convex®	Sistema de Cozedura desenvolvido pela Amorim Cork S.A.	
d	Diâmetro da Rolha	mm
DS	Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial De Sousa	
F _c	Força de Compressão	daN
F _e	Força de Extração	daN
F _r	Força de Relaxação	daN
FSC®	Conselho de Gestão Florestal (do inglês, <i>Forest Stewardship Council</i>)	
FSSC 22000	Do inglês, <i>Food Safety Certification</i>	
H	Teor de Humidade	%
H _{final}	Teor de Humidade Final	%
H _{inicial}	Teor de Humidade Inicial	%
HR	Humidade Relativa	%
I&D	Departamento de Investigação e Desenvolvimento da Amorim Cork S.A.	
ISO	Organização Internacional de Normalização (do inglês, <i>International Organization for Standardization</i>)	
ISO 14001	Requisitos para Sistema de Gestão de Ambiente	
ISO 22000	Requisitos para Sistema de Gestão de Segurança Alimentar	
ISO 5001	Requisitos para Sistema de Gestão de Energia	
ISO 9001	Requisitos para Sistema de Gestão de Qualidade	
L	Espaço vazio ou <i>headspace</i>	mm
l	Comprimento da Rolha	mm
M _t	Momento de Torsor	daN cm

Naturity®	Processo de descontaminação de rolhas naturais desenvolvido pela Amorim Cork S.A.	
NDTech®	Tecnologia desenvolvida pela Amorim Cork S.A.	
NR	Compressão Não-Radial	daN
Ovalidade	Ovalidade	mm
p	Parâmetro estatístico p	
PTK	Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial PortoCork	
R	Compressão Radial	daN
RD	Recuperação Diametral	%
RD _{1h}	Recuperação diametral após 1 hora	%
RD _{24h}	Recuperação diametral após 24 horas	%
RD _{5min}	Recuperação diametral após 5 minutos	%
RD _{comp/relax}	Recuperação diametral da compressão/relaxação	%
RD _{instantâneo}	Recuperação diametral instantânea	%
Rosa®	Processo de tratamento de rolhas desenvolvido pela Amorim Cork S.A. (Do inglês, <i>Rate of Optimal Steam Application</i>)	
S	Tempo em <i>Stock</i>	meses
SGI	Sistema de Gestão Integrado	
SGPS	Sociedade Gestora de Participações Sociais	
SPSS®	<i>Statistical Package for the Social Sciences (software da IBM®)</i>	
Super Rosa®	Sistema de Descontaminação desenvolvido pela Amorim Cork S.A.	
SVE	Sistema de Verificação de Estanquicidade desenvolvido pela Amorim Cork S.A.	
t	Tempo em Garrafa	meses
TCA	2,4,6-tricloroanisol	
T _{extração}	Temperatura de extração da rolha	°C
UI	Unidade Industrial	
VL	Amorim Cork S.A.- Unidade Industrial de Vasconcelos e Lyncke	
ε	Extensão da curva de compressão	MPa
θ	Deformação Angular (Ângulo)	°
ρ	Massa Volúmica Aparente	kg m ⁻³
σ	Tensão	%
τ	Tensão de Corte ou de Cisalhamento	daN cm ⁻²

1. Enquadramento

1.1. Enquadramento e Motivação

Desde a antiguidade que a cortiça é usada como vedante de garrafas. No entanto, devido à sua natureza higroscópica, a cortiça apresenta alterações dimensionais e do comportamento mecânico com a humidade relativa e a temperatura ambiente [1],[2]. Ao longo do processo industrial de transformação da cortiça, desde o descortiçamento até ao produto final (rolhas, discos e granulados), ocorre variação na sua humidade. Assim, é importante estudar a relação entre a temperatura, a humidade relativa e a humidade de equilíbrio da cortiça, tanto de um ponto de vista económico como tecnológico [3],[4].

A Amorim Cork produz diferentes tipos de rolhas e, ao longo dos anos, tem vindo a desenvolver processos que contribuem para melhorar a qualidade e o desempenho da rolha em garrafa. Recentemente, desenvolveu o processo *Naturity*[®], que visa maximizar o desempenho das rolhas de cortiça natural, removendo/eliminando o 2,4,6-tricloroanisol (TCA) e outros compostos responsáveis por problemas sensoriais [5]. Este processo reduz o teor de humidade das rolhas naturais sendo o seu impacto no desempenho em garrafa e nas suas propriedades físico-mecânicas desconhecido. Assim, o objetivo desta dissertação é avaliar, particularmente, o efeito da humidade no desempenho técnico das rolhas *Naturity*[®].

Este trabalho foi realizado na Amorim Cork, empresa do Grupo Amorim, no âmbito de um estágio para realização da Dissertação do Mestrado em Engenharia Química. O estágio decorreu durante um período de oito meses, com início a 6 de outubro de 2020 e término a 2 de junho de 2021.

1.1.1. Grupo Amorim, S.A.

O Grupo Amorim foi fundado em 1870 por António Alves de Amorim com a criação da primeira unidade industrial para a produção manual de rolhas para o Vinho do Porto, localizada no Cais de Vila Nova de Gaia [6]. Hoje em dia, o Grupo Amorim é uma das maiores empresas multinacionais de origem portuguesa, continuando a preservar os valores que serviram de base à construção do seu património: visão empresarial, responsabilidade, diligência, criatividade e inovação, com a missão de respeitar os princípios de desenvolvimento económico, social e ambiental [5]. Este grupo tem apostado na diversificação da sua atuação através do investimento em setores e áreas geográficas com elevado potencial de rentabilidade. É constituído por várias empresas, onde administra e possui a maioria das ações, formando assim uma Sociedade Gestora de Participações Sociais (SGPS). Atualmente as suas áreas de atividade são: Energia, Cortiça, Floresta, Financeira, Imobiliário e Luxo [6].

A Corticeira Amorim, fundada em 1963, é uma das empresas portuguesas com maior reconhecimento internacional, operando em mais de 100 países e em todos os continentes [5]. Em 2020, com 150 anos de liderança no setor corticeiro, foi responsável por 50 % das exportações nacionais de cortiça, vendendo anualmente 5400 milhões de rolhas e apresentando um volume de negócios anual de 702 milhões de euros [5]. A Corticeira Amorim aposta em aprofundar o seu conhecimento sobre a cortiça, na constante inovação tecnológica e melhoria contínua da qualidade, levando a que esteja envolvida no desenvolvimento de diversos produtos em várias áreas industriais. Encontra-se organizada nas seguintes Unidades de Negócio: Matérias-Primas, Rolhas, Revestimentos, Aglomerados Compósitos e Isolamentos, como esquematizado na Figura 1. A Unidade de Negócio das Rolhas, designada Amorim Cork S.A., situa-se no concelho de Santa Maria da Feira e é a maior empresa mundial de produtos de cortiça.

A Amorim Cork visa a produção de uma variedade de produtos de elevada qualidade possuindo diversas certificações de modo a garantir que os produtos cumprem os padrões de qualidade exigidos pelo cliente [7]. A empresa possui um Sistema de Gestão Integrado (SGI), que funciona como um modelo de gestão completa para a melhoria contínua dos seus processos, sendo constituído pelas normas dos Sistema de Gestão Qualidade, Ambiente, Energia, Segurança Alimentar e Produtos Florestais [8]. Para além disso, cumpre as certificações: *Systecode* que garante o cumprimento do CIPR (Código Internacional de Práticas Rolheiras), pela FSSC 22000 (*Food Safety System Certification*) e pela FSC® (*Forest Stewardship Council*), que assegura a produção e o consumo responsável de produtos florestais [9]. Na Tabela 1 sumarizam-se os certificados atribuídos às diferentes Unidades Industriais (UI) da Amorim Cork.

Tabela 1 - Certificações nas diferentes Unidades Industriais da Amorim Cork, adaptado de [7].

			Unidade Industrial* (UI)							
			AI	DS	CHK	PTK	VL	ATS	EQP	AD
Práticas Rolheiras	Systecode	Base								
		Premium	x	x	x	x	x	x	x	x
		Excelente			x	x		x	x	x
Qualidade		ISO 9001	x	x	x	x	x	x	x	x
Ambiente		ISO 14001								x
Energia		ISO 50001	x	x	x			x	x	
Segurança Alimentar		ISO 22000		x	x	x		x		
		FSSC 22000								x
Produtos Florestais		FSC®	x	x	x	x		x	x	

(*o nome das Unidades Industriais encontra-se na Figura 1 ou na Lista das Abreviaturas e Símbolos)

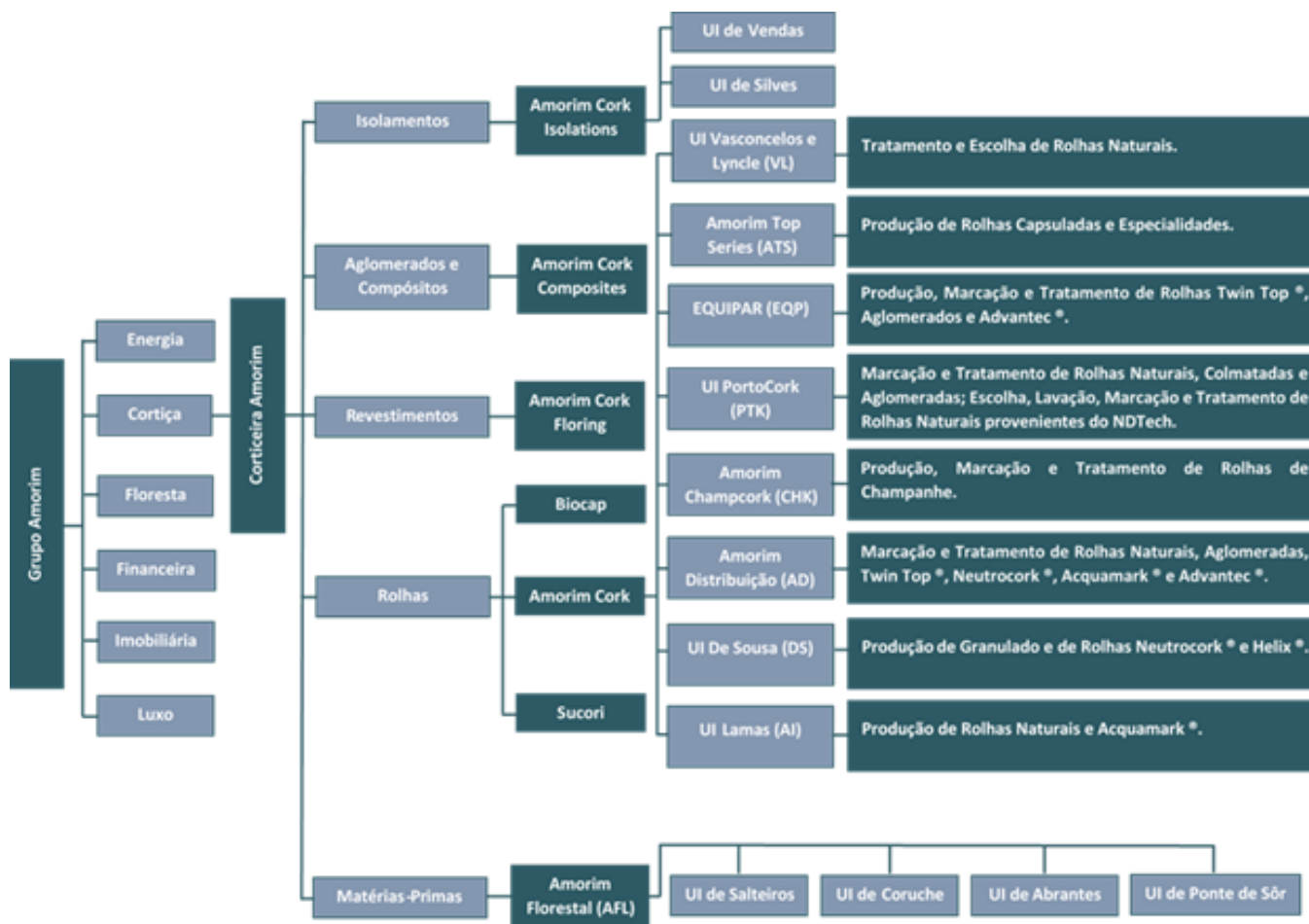


Figura 1 - Áreas de Atividade do Grupo Américo Amorim, as Unidades de Negócio, as Unidades Industriais da Amorim Cork e as suas respetivas atividades.

1.1.2. Tipos de Rolhas e Descontaminação de TCA

Uma das principais aplicações da cortiça é a produção de rolhas. A Amorim Cork S.A. produz vários tipos de rolhas consoante as necessidades e exigências do mercado. Atualmente a empresa produz rolhas de cortiça natural e rolhas técnicas para três tipos de segmentos: vinhos tranquilos, vinhos efervescentes e bebidas espirituosas. No Anexo A encontram-se descritas as principais características e aplicações dos vários tipos de rolhas produzidas na empresa [5].

Devido às suas propriedades físicas, químicas e mecânicas, as rolhas de cortiça asseguram uma vedação perfeita e também desempenham um papel determinante na maturação do vinho. No entanto, em 2002 verificou-se que entre 2 a 7 % dos vinhos apresentavam “sabor a rolha”, isto é, um odor a mofo ou aroma terroso que alterava o aroma natural do vinho e diminuía a sua qualidade. O “sabor a rolha” tornou-se um dos principais problemas sensoriais associados às rolhas de cortiça, sendo provocado pela presença do 2,4,6-tricloroanisol (TCA). O TCA é um derivado de anisol, que pode ser gerado por fungos [10], e pode ser detetado pelo ser humano em quantidades muito pequenas (1,4 a 10,0 ng/L), dependendo do tipo de vinho e da sensibilidade individual sendo esta influenciada por vários fatores, tais como idade, género, hábitos alimentares e memórias. O TCA em rolha de cortiça natural é um problema de grande importância para a indústria corticeira, pelo que levou ao desenvolvimento de diversos processos de descontaminação de forma a diminuir a sua presença [3],[11].

A Amorim apostou em atividades de I&D para controlo de qualidade do TCA e desenvolveu quatro tipos de processos de análise e descontaminação que se encontram em funcionamento: Cozedura Convex®, Rosa®, Super Rosa® e NDTech® [5]. O sistema de cozedura dinâmico CONVEX®, tem como objetivo remover os sólidos orgânicos que se encontram nos poros da cortiça e permite que atinja o teor de humidade correto para ser processada. Além disso, remove os compostos orgânicos voláteis da água da cozedura [5]. Em suma, impede a contaminação cruzada e permite a produção de uma cortiça mais seca e limpa para o processamento. O sistema patenteado Rosa® (*Rate of Optimal Steam Application*) é um sistema de descontaminação à base de vapor de água a alta temperatura, sendo uma etapa essencial no tratamento que ocorre depois da lavagem das rolhas e, para além de descontaminar, homogeneiza a humidade. Por outro lado, o processo Super Rosa® é similar ao Rosa® mas opera em condições mais agressivas de temperatura e pressão de vapor de água. O sistema NDTech® é uma tecnologia patenteada que analisa as rolhas individualmente verificando a presença de TCA por cromatografia gasosa. Neste momento, a Amorim Cork encontra-se na fase final de desenvolvimento de um novo processo de descontaminação denominado *Naturity*®. Este processo tem como objetivo a remoção/eliminação de TCA das rolhas naturais, recorrendo a dessorção térmica e combinando diferentes condições de temperatura, pressão e tempo.

1.2. Objetivos e Estrutura da Dissertação

Esta dissertação visou estudar o efeito humidade no desempenho técnico das rolhas *Naturity*[®]. Este trabalho teve como objetivos: avaliar o impacto da humidade nas propriedades físico-mecânicas das rolhas e no seu desempenho em garrafa bem como avaliar a sua variação em diferentes etapas do processo. Constitui objetivo adicional a avaliação do impacto das condições ambientais na humidade das rolhas. Para melhor compreensão dos fatores que poderiam afetar o desempenho técnico das rolhas foi elaborado um diagrama de causa e efeito, representado na Figura 2. A construção deste diagrama teve como finalidade organizar e resumir todas as causas possíveis que poderiam influenciar o desempenho técnico deste tipo de rolhas. Ao longo dos oito meses de estágio foi possível analisar e concluir sobre todas as causas apresentadas inicialmente.

Esta dissertação encontra-se dividida em cinco capítulos. O Capítulo 1, enquadramento e motivação, tem como intuito enquadrar o leitor no trabalho desenvolvido, apresentar a estrutura da empresa onde se realizou o estágio, pertinência e objetivos para a realização do trabalho. No Capítulo 2, apresenta-se a revisão bibliográfica sobre cortiça, o ciclo de vida das rolhas *Naturity*[®], seus parâmetros físico-mecânicos e níveis de humidade. O Capítulo 3 apresenta uma descrição dos materiais e das metodologias usadas na realização deste trabalho. O Capítulo 4 é constituído pela apresentação, análise e discussão dos resultados obtidos. É de referir que alguns dos dados apresentados e tratados foram obtidos em trabalhos anteriores, focando-se aqui a sistematização dessa informação. Os dados obtidos em relação ao impacto da humidade de rolhas em garrafa foram o ensaio 1 (1, 3, 6 e 12 meses em garrafa), o ensaio 2 (1, 3 e 6 meses em garrafa), os ensaios 3.A, 3.B e 3.C (1 e 6 meses em garrafa), o ensaio 4 (3 meses em garrafa) e o ensaio 5 (1 e 3 meses em garrafa). Relativamente ao impacto da humidade das rolhas em garrafa e nas propriedades físico-mecânicas, no estudo do efeito das rolhas em *stock*, foram os ensaios B, C, D, G, H, I, M, N, O, R, S e T em todos os períodos de monitorização analisados e os ensaios X e Y em todos os períodos de monitorização exceto ao fim de 6 meses em *stock*.

Por último, o Capítulo 5 apresenta o resumo de todos os resultados obtidos, as conclusões e sugestões de trabalhos futuros. No final deste capítulo também incluí um sumário de outros trabalhos realizados na empresa paralelamente com o trabalho apresentado.

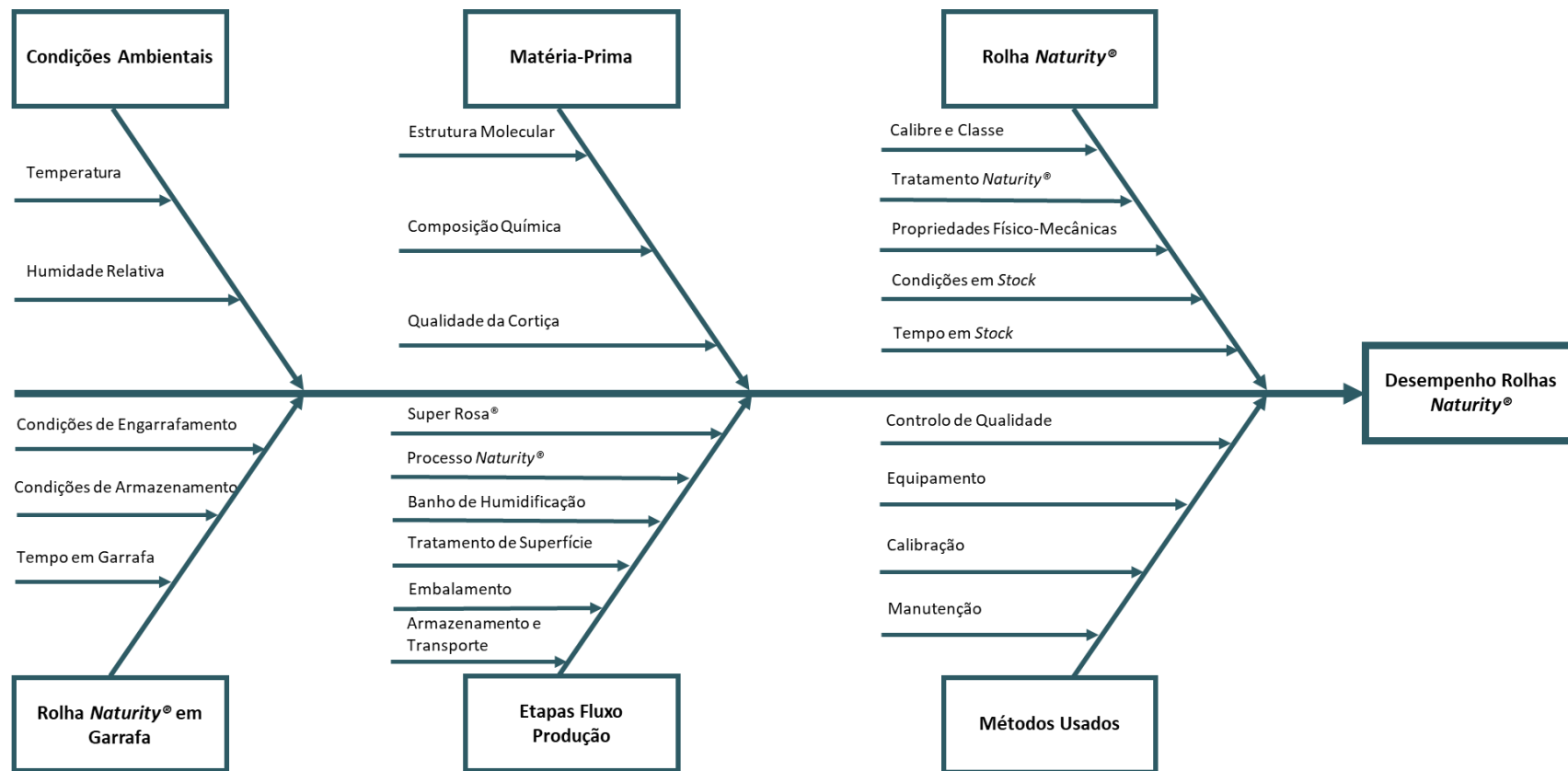


Figura 2 - Diagrama Causa e Efeito sobre o Desempenho das Rolhas Naturity®.

2. Introdução

2.1. Cortiça

2.1.1. Origem e distribuição geográfica

A cortiça é uma matéria prima natural proveniente do sobreiro, *Quercus suber L*, que constitui o revestimento do seu tronco e ramos, tornando-se deste modo renovável e sustentável [12]. O sobreiro é uma árvore de crescimento lento que pode atingir 250 a 350 anos, mas considera-se que a idade limite para a produção de cortiça seja de 150 a 200 anos, o que permite, em média, cerca de 16 descortiçamentos ao longo da sua vida. Isto deve-se à capacidade de regeneração do felogénio após a extração da cortiça que permite a exploração do sobreiro ao longo da sua vida, de forma sustentada, através de sucessivas extrações [3]. O montado do sobreiro (Figura 3) tem principal incidência na região Ocidental Mediterrânea (Portugal, Espanha, França, Itália, Marrocos, Argélia e Tunísia) e ocupa, atualmente, uma área total de 1,44 milhões de hectares na Europa e 0,70 milhões de hectares no Norte de África [9].

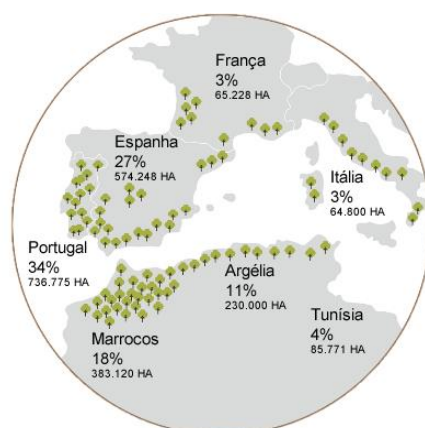


Figura 3 - Distribuição (%) da localização do montado e área de montado (hectares) em cada país, adaptado de [9].

2.1.2. Tipos de Cortiça

A cortiça extraída do sobreiro pode ser classificada em três tipos: virgem, segundeira e amadia. A cortiça virgem é obtida no primeiro descortiçamento do sobreiro, a desbóia, após cerca 25 anos de idade. Esta cortiça é bastante dura, irregular e apresenta sulcos e fendas verticais, devido às fraturas que ocorreram das fortes tensões tangenciais originadas pelo crescimento radial do tronco da árvore[3]. Por isso não poderá ser utilizada para produção de rolhas, mas servirá como matéria-prima para a produção de pavimentos e isolamentos. No segundo descortiçamento, realizado nove anos após a desbóia, obtém-se a cortiça segundeira. Esta, cortiça, apesar de ser mais regular e ter menos sulcos que a cortiça virgem ainda não é adequada para a produção de rolhas. A cortiça de reprodução ou amadia é obtida a partir do

terceiro descortiçamento, de nove em nove anos, e apresenta uma camada de espessura uniforme, com poucas fraturas e de pequena profundidade, características ideais para a produção de rolhas [3].

Com o descortiçamento é possível identificar na cortiça a costa, a barriga e os anéis de crescimento (Figura 2) [3]. Através dos anéis de crescimento consegue-se identificar a idade de um sobreiro, onde cada dois anéis correspondem a um ano de vida (linhas mais escuras correspondem aos meses de inverno e as mais claras aos meses de Verão).

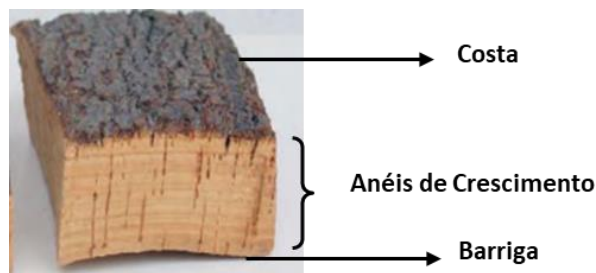


Figura 4 - Representação das partes que compõem a cortiça, adaptado de [14].

2.1.3. Estrutura Celular

A cortiça é um tecido natural homogêneo constituído por células, distribuídas de modo compacto e de forma regular. Durante o crescimento a cortiça sofre um processo de suberização (impermeabilização) das membranas celulares [13]. As suas células podem ser descritas como prismas retangulares, colocadas paralelamente na direção radial da árvore [14]. Para além disto, a cortiça apresenta lenticelas, que são canais compostos por células com paredes celulares mais espessas, com um diâmetro na escala milimétrica e que representam uma elevada porosidade ao longo da cortiça [15].

As paredes celulares são constituídas por três camadas com diferentes composições químicas, compostas principalmente pela suberina, lenhina, polissacarídeos e compostos extratáveis. A parede primária corresponde à camada que se desenvolve durante a fase de crescimento da célula e é rica em lenhina. A camada secundária, que se deposita sobre a primeira, é a camada mais espessa, sendo constituída pela suberina. Por último, a parede terciária é a que reveste interiormente as células e é composta principalmente por polissacarídeos e compostos extratáveis [3],[15].

A cortiça apresenta uma estrutura anisotrópica, onde apresenta três direções principais (axial, radial e tangencial) e três secções principais (transversal, tangencial e radial), que são perpendiculares a cada uma das direções principais, conforme ilustrado na Figura 5 [3],[14].

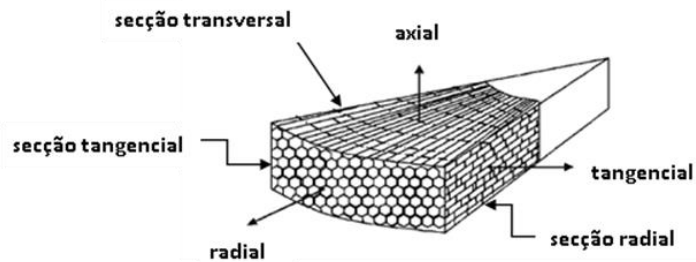


Figura 5 - Representação esquemática da estrutura celular da cortiça segundo diferentes direções e seções, adaptado de [14].

2.1.4. Composição Química

A composição química da cortiça pode variar e depende de fatores tais como: origem geográfica, clima, condições do solo, origem genética, dimensões da árvore, idade (cortiça virgem ou amadia) e condições de crescimento [16].

A cortiça difere de outros materiais lenhocelulósicos, tais como a madeira, em especial no componente principal das paredes celulares da cortiça - a suberina [3]. As paredes celulares da cortiça são constituídas por componentes estruturais (suberina, lenhina e polissacarídeos) e componentes não estruturais (extratáveis orgânicos e inorgânicos). A composição química da cortiça pode ser dividida em cinco grupos: suberina (fração mássica de 44 %) que é responsável pela sua compressibilidade e elasticidade; a lenhina (fração mássica de 16 %) que mantém a forma das paredes celulares dos componentes estruturais; os polissacarídeos (fração mássica de 24 %) que são responsáveis pela estrutura física da cortiça; os extratáveis (fração mássica de 13 %) que são constituídos pelos ceróides que impermeabilizam a cortiça e pelos taninos que conferem cor e proteção/conservação do material; e as cinzas (fração mássica de 1 %) [3],[14],[16].

2.1.5. Qualidade da Cortiça

A qualidade da cortiça depende do seu aspeto visual (anéis de crescimento, cor, canais lenticulares, etc.), do calibre e do fim industrial a que se destina (rolhas naturais ou outras aplicações). Todos estes parâmetros têm um papel fundamental na determinação do valor comercial da cortiça e dos seus produtos [1].

Uma prancha de cortiça cheia ou delgada pode ser classificada em sete classes (1ª, 2ª, 3ª, 4ª, 5ª, 6ª e Refugo) dependendo da maior ou menor homogeneidade do tecido suberoso (massa). Assim, quanto mais homogênea for a massa de uma prancha de cortiça melhor será a sua classificação [17]. Por outro lado, existem defeitos que contribuem para a heterogeneidade da massa (ou seja uma pior classificação), sendo de dois tipos: os intrínsecos ao próprio processo de formação da cortiça e os extrínsecos (provocados por agentes exteriores) [17].

O principal parâmetro de qualidade da cortiça é a porosidade avaliada na secção tangencial das pranchas de cortiça [3],[18]. Existe uma grande variabilidade de porosidade nas pranchas de cortiça, exibindo valores desde 1 % (v/v), em cortiças com poucos canais lenticulares e muito finos, até valores na ordem de 30 % (v/v), em cortiças com canais lenticulares de grandes dimensões. As cortiças usadas na produção de rolhas possuem, normalmente, porosidades inferiores a 10 % (v/v) [3].

A porosidade da cortiça também pode ser observada nas secções transversal e radial (Figura 6), sendo que nestas secções os canais lenticulares são cortados por plano paralelo ou fazendo um pequeno ângulo como eixo radial. Assim, os poros apresentam uma forma alongada na direção radial da árvore, com razão comprimento/largura elevada, onde o comprimento dos poros depende do afastamento do eixo do canal lenticular da direção radial, assim como, do ângulo de corte da secção [3]. É de notar que, para a mesma cortiça, a porosidade medida nas secções transversal e radial é ligeiramente maior do que na secção tangencial, mas nos limites de variação da porosidade medidos em cortiças com qualidades semelhantes [3].

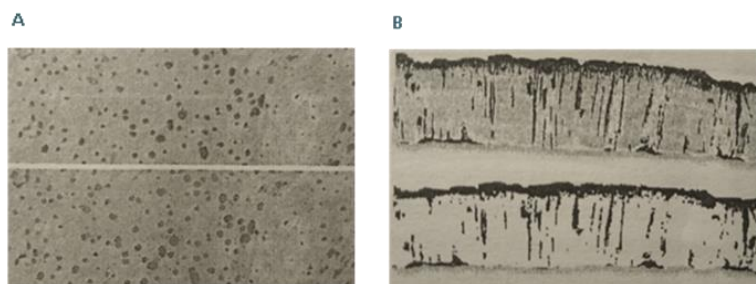


Figura 6 - Secção tangencial de amostras de cortiça com diferentes porosidades (A) e Secção transversal de uma amostra de cortiça (B), adaptado de [1] e de [3] , respetivamente.

Outros parâmetros intrínsecos que contribuem para a qualidade de cortiça são o “bofe”, o “verde”, o “prego” e o “barro” [3]. O “bofe” trata-se da descontinuidade do tecido suberoso que separa as células de fim da estação das do início causada por disfunções pontuais do felogénio. Também provém da porosidade muito elevada, resultado de um elevado número de fraturas de canais com diâmetros grandes [3]. O termo “verde” é aplicado à cortiça que possui áreas com teor de humidade elevado (400 a 500 %) rodeadas por cortiça com teor de humidade normal (cerca de 6 a 8 %, quando seca ao ar). O “prego” resulta da inclusão de células mortas com a parede celular lenhificada no interior da cortiça. Estas inclusões apresentam densidade e dureza muito superiores à da cortiça, pois resultam de células com paredes muito espessas. Assim, a cortiça com prego não deve ser usada no fabrico de rolhas, uma vez que poderiam ocorrer dificuldades durante a operação de engarrafamento [3]. Finalmente, o “barro” é um defeito que corresponde à existência de uma porosidade caracterizada pelos canais lenticulares serem

cónicos, com a sua base no lado da barriga da prancha. Este defeito resulta quando o felogénio produz um tecido com canais lenticulares preenchidos com um material de cor castanho-avermelhado, com aspeto pulverulento que se assemelha ao barro, em vez de produzir células suberosas típicas [3].

O outro tipo de defeitos que podem também afetar a qualidade da cortiça são os de origem biológica. Estes defeitos são frequentes em cortiças com porosidade elevada, uma vez que é mais fácil a introdução da água e de esporos de fungos através dos canais lenticulares. O defeito “inseto” é causado por galerias orientadas aleatoriamente nas pranchas de cortiça por insetos, como a formiga e a larva da cobrilha-da-cortiça. Em relação ao ataque fúngico, existe o marmoreado que consiste em adquirir uma cor azulada nas paredes celulares, provocadas por uma penetração de um fungo. A mancha amarela consiste em zonas da cortiça com cor acinzentada e descoloração do tecido adjacente, que lhe dão um odor a bolor [3].

2.2. Ciclo de Vida das Rolhas

2.2.1. Produção das Rolhas *Naturity*®

Na Figura 7 apresenta-se o diagrama de fluxo de produção das rolhas naturais com a especificação do processo *Naturity*®.

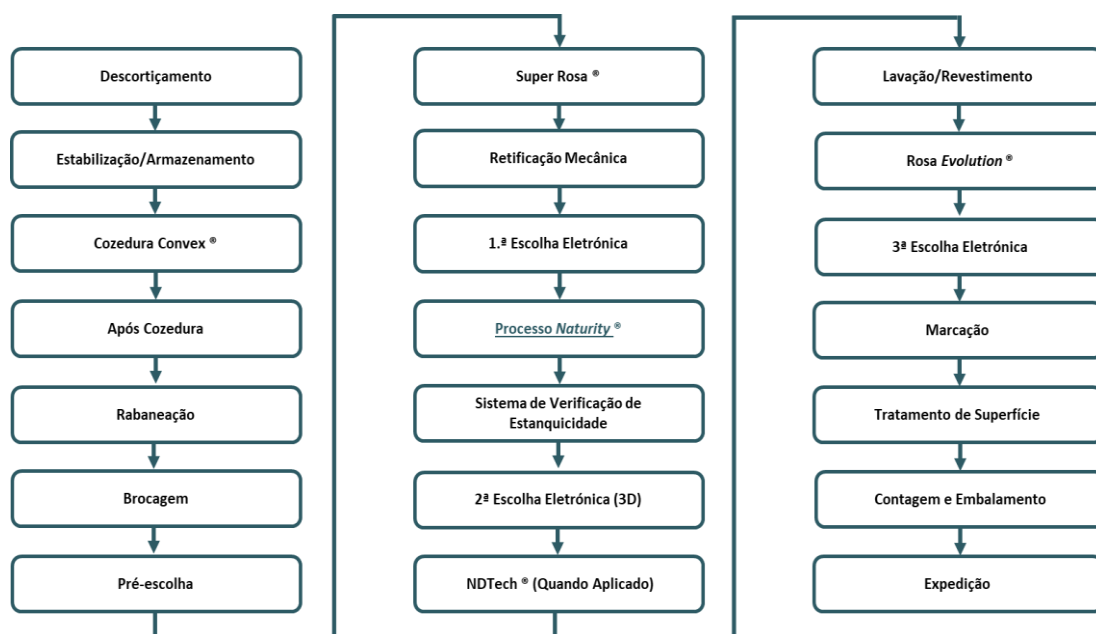


Figura 7 – Diagrama do fluxo de produção das rolhas naturais com a especificação do processo *Naturity*®.

O processo de preparação da cortiça começa com a época do descortçamento, que decorre entre os meses de maio e junho e estende-se até ao final de setembro. Embora o primeiro

descortiçamento (desbóia) ocorra ao fim de 25 anos (quando a árvore atinge cerca de 0,7 m de perímetro a 1,3 m de altura) só no terceiro descortiçamento é que se extrai a cortiça amadia, utilizada na produção de rolhas [3],[20]. A variabilidade do crescimento da cortiça entre as árvores e os diferentes locais de extração podem dever-se a diferentes condições climáticas e ao solo [3].

Após esta primeira fase, as pranchas de cortiça passam por um período de estabilização e de secagem natural. São empilhadas no exterior, sujeitas às condições atmosféricas, durante pelo menos seis meses. Posteriormente as pranchas sofrem um processo descontínuo de cozedura designado CONVEX®, realizado em “*batch*”, no qual as pranchas são imersas na totalidade em tanques com água limpa em ebulição durante uma hora (duração mínima) [3],[20]. Esta etapa é fundamental no processo de preparação da cortiça, pois altera as propriedades mecânicas das pranchas, aplanando a sua curvatura e facilita as etapas seguintes. Além disso, permite limpar/desinfetar a cortiça, extrair as substâncias hidrossolúveis (sobretudo sais minerais e taninos), aumentar a espessura, a elasticidade e tornar a cortiça mais macia. Também permite uma expansão do gás que se encontra no interior das células, levando a que a estrutura da cortiça seja mais densa e uniforme [3],[19],[21].

Terminada a cozedura, as pranchas permanecem num armazém com controlo de temperatura e humidade (geralmente durante um dia) de modo a adquirirem a consistência necessária para a sua transformação em rolhas e um teor de humidade de 8 a 16 % [20],[21]. Concluído o período de repouso a cortiça passa às fases de traçamento e escolha. Nestas etapas as arestas das pranchas são aparadas antes de procederem a uma avaliação manual inicial, feito por um operário especializado, o traçador. O traçador faz a separação das pranchas por classes de qualidade baseadas na espessura, porosidade e aspeto, ou seja, calibre e classe [3],[21].

Dado por concluído o processo de preparação e classificação da cortiça, as pranchas são enviadas para o processamento em rolhas que se divide em dezassete etapas. A etapa inicial consiste no corte das pranchas em tiras formando rabanadas ou traços. A humidade da cortiça nesta etapa deve estar compreendida entre os 8 a 16 % [20]. Entre a rabaneação e a brocagem, as pranchas delgadas são sujeitas ao processo de laminação, onde se formam palmilhas. A laminação tem como objetivo cortar as tiras transversalmente, eliminando a costa e a barriga. De seguida, ocorre a brocagem que consiste na perfuração das tiras perpendicularmente aos anéis de crescimento com uma broca - este processo, pode ser automático, semi-automático ou manual. Segue-se a etapa de Pré-Escolha onde se separam as rolhas deformadas, partidas e lenhosas. Para além disso também se faz uma seleção de raça e aparas, destinadas a rolhas

naturais e rolhas aglomeradas ou discos, provenientes de pranchas cheias e delgadas, respetivamente.

As rolhas são submetidas à etapa Super Rosa®, um processo de descontaminação em “batch”, com vapor de água e temperaturas elevadas. O tempo de tratamento depende da origem da cortiça e do nível de concentração do TCA. Nesta operação ocorre uma redução da humidade de modo a assegurar a humidade adequada para manter a estabilidade dimensional da rolha [20]. Para que as rolhas possam adquirir as dimensões adequadas, passam por sucessivas operações mecânicas (retificação mecânica) onde se realiza o polimento dos corpos e retificam os seus topos. A correção do diâmetro (corpo da rolha) e a correção do comprimento (topos) designa-se por ponçamento e topejamento, respetivamente. Também é extraído, aspirado e armazenado o pó desta operação.

Após a realização da primeira escolha eletrónica, onde as rolhas são separadas de forma automática em classes industriais (AA, A, B, C) por aparelhos de leitura automática, as rolhas naturais são sujeitas ao processo de descontaminação *Naturity*®, recorrendo a dessorção térmica sob diferentes condições de tempo, temperatura e pressão. De seguida, as rolhas são sujeitas a ensaios de pressão numa câmara de ar, o sistema de verificação de estanquidade (SVE), que tem como objetivo analisar a capacidade de vedação de cada rolha. As rolhas encontram-se assim prontas para serem sujeitas a segunda escolha, onde são separadas de forma manual (por pessoas qualificadas) ou eletronicamente, de modo a serem classificadas de acordo com a sua classe, nomeadamente: Flor, Extra, Superior, 1ª, 2ª, 3ª, 4ª, 5ª e 6ª. Se for solicitado pelo cliente, procede-se à seleção cromatográfica individual de todas as rolhas de um lote usando a tecnologia NDTech®.

A etapa seguinte consiste no processo de lavação, que segundo o CIPR, é um conjunto de operações que asseguram a limpeza, o despoeiramento e a desinfeção das rolhas [20]. É nesta fase que se personaliza a rolha consoante as exigências do cliente [20]. Este processo encontra-se dividido em quatro etapas: branqueamento/desinfeção, enxaguamento, neutralização e secagem. A lavação é a reação de branqueamento com peróxido de hidrogénio (H₂O₂), utilizando o hidróxido de sódio (NaOH) como substância alcalina e ativadora. Posteriormente ocorre o enxaguamento, que consiste na passagem de água para lavagem e remoção de excessos de produtos químicos. Depois procede-se à neutralização que consiste na aplicação de uma substância ácida para baixar o pH do meio e diminuir a quantidade de peróxido de hidrogénio residual. Antes de realizar a última etapa deste processo é necessário enxaguar novamente as rolhas. Por último, na secagem, o teor de humidade é reduzido através de um tratamento térmico, levando a uma otimização do desempenho da rolha e redução da contaminação

microbiológica [21]. Há rolhas que após a lavagem serão sujeitas ao revestimento, que consiste num processo de cobertura dos poros da rolha de cortiça e coloração da superfície da rolha de forma a uniformizar a sua cor [20].

Na Unidade Industrial de Lamas as rolhas, após a lavagem, são submetidas ao processo *Rosa Evolution*[®], onde ocorre a descontaminação, através de um processo térmico com vapor de água com o objetivo de descontaminar, homogeneizar a humidade e o reduzir o teor de peróxido de hidrogénio das rolhas. No final desta operação a humidade das rolhas deverá estar compreendida entre 4 a 8 % e será efetuada uma terceira escolha eletrónica para seleção de rolhas com a qualidade visual final desejada. De seguida ocorre a etapa de marcação das rolhas, que consiste na impressão de um texto e/ou logótipo, contramarca e código do fornecedor, no corpo e/ou topos da rolha, de acordo com a especificação de cada cliente [20]. Tem como objetivo personalizar as rolhas e assegurar a sua rastreabilidade do fornecedor ao cliente. A marcação das rolhas pode ser feita a tinta, a fogo ou a laser. A marcação a tinta pode ser feita através de uma placa de zinco com tinta normal, que é seca por via oxidativa (método convencional), ou com tinta ultravioleta (UV). Como a tinta UV é sensível à luz ultravioleta as rolhas não necessitam de ficar expostas ao ar de modo a secar, mas são submetidas a um túnel onde são expostas a esta luz UV.

Seguidamente, ocorre um tratamento de superfície da rolha com o objetivo de lubrificar a superfície, facilitar a sua introdução e extração no gargalo da garrafa, melhorar a estanquidade e ajudar na transferência de oxigénio [20],[19],[22]. Esta etapa é de extrema importância para a qualidade final do produto pelo que é possível usar uma combinação de diferentes tratamentos de superfície ultrapassando assim as desvantagens decorrentes da aplicação um só produto [3],[23]. Hoje em dia usa-se muito a combinação de parafina e silicone no tratamento das rolhas de cortiça, dado que estes produtos não afetam o comportamento mecânico da rolha, influenciando apenas as propriedades da superfície da rolha, em particular diminuem o coeficiente de atrito e a absorção de líquidos [3],[23]. Como existem vários produtos disponíveis para realizar o tratamento de superfície, de forma a escolher o mais adequado, devem-se ter em conta vários fatores, tais como: tipo de rolha, condições de engarrafamento, tipo de vinho e condições de armazenamento e transporte [23].

Depois de tratadas as rolhas passam por um processo de contagem automática e posteriormente são embaladas em sacos de alumínio (rolhas NDTech[®]) ou em sacos de polietileno. O embalamento das rolhas em sacos de polietileno é feito em atmosfera com dióxido de enxofre e selagem sob vácuo, o que irá prevenir o desenvolvimento microbiológico [19]. As embalagens são agrupadas em paletes envolvidas em filme ou colocadas em caixas de

cartão e enviadas para o armazém de expedição. As rolhas de cortiça devem ser expedidas e utilizadas assim que possível pelos clientes, pois devem ser evitados longos períodos de armazenamento (o período máximo de armazenamento recomendado é de 6 meses).

2.2.2. Controlo de Qualidade das Rolhas

Ao longo do fluxo de produção das rolhas são realizados diferentes ensaios para garantir a sua qualidade e o seu desempenho. Para isso, cada Unidade Industrial (UI) tem um laboratório responsável pelo controlo de qualidade. Os métodos de ensaio de controlo de qualidade das rolhas podem ser divididos em [23]:

- Ensaios Visuais, onde se realiza a análise de classe visual e defeitos;
- Ensaios Físico-Mecânicos, onde se obtêm as dimensões (diâmetro, comprimento e ovalidade), teor de humidade, massa, massa específica, absorção em garrafa, capilaridade, vedação em tubo, forças de extração, força de compressão/relaxação, recuperação diametral, torção e teor de pó;
- Ensaios Químicos, onde se determina o teor de tratamento, teor de peróxidos, migração de cor, pH e quantificação de TCA (2,4,6-tricloroanisol);
- Ensaios Microbiológicos, onde se determina o número de leveduras, bactérias e bolores extraíveis em meio alcoólico e capazes de se desenvolver nesse meio.
- Análise Sensorial, onde se realiza um teste olfativo para a identificação de possíveis odores associados à cortiça.

2.2.3. Engarrafamento

Concluído o processo de produção da rolha, é necessário ter em atenção as condições de armazenamento e o trinómio garrafa-vinho-rolha, isto é, a importância de selecionar a rolha mais apropriada à garrafa e ao tipo de vinho a engarrafar. Em primeiro lugar o cliente tem que escolher o tipo de rolha consoante as suas exigências (qualidade do vinho, preço, imagem) e depois, consoante o tipo de garrafa e vinho escolhidos, adequam-se as dimensões da rolha tendo em consideração o perfil interno da garrafa, nível de enchimento, tipo de vinho e nível de gás carbónico.

Numa primeira fase é necessário avaliar a garrafa selecionada, realizando a análise do perfil interno do gargalo. Para que o engarrafamento ocorra da melhor forma possível o perfil de gargalo tem que seguir a norma CE.T.I.E. (Centro Técnico Internacional de Engarrafamento), de modo garantir a vedação e a introdução da rolha o mais corretamente possível, assegurar uma boa extração manual ao utilizar o saca-rolhas, uniformizar os perfis e dimensões internas e externas dos gargalos independentemente do tipo de garrafa (Borgonha ou Bordalesa) e evitar

a saída da rolha da garrafa, que poderá estar relacionado com o fenómeno térmico de dilatação do vinho [19],[24].

Na Figura 8 encontra-se representado um gargalo e o perfil interno do mesmo seguindo a norma CE.T.I.E. (plasmado na norma NP EN 12726:2001). Neste esquema, l representa o comprimento da rolha (que poderá ser de 38, 44, 45, 49, 53 e 54 mm), L o espaço vazio ou *headspace*, d_1 corresponde ao diâmetro no topo do gargalo (de $18,5 \pm 0,5$ mm) medido a cerca de 3 mm da boca e d_2 representa o diâmetro médio de $20,0 \pm 1,0$ mm [19],[24]. O diâmetro interno médio (representado por a) na Figura 8, à direita) não deve ser superior em mais de 1 mm ao diâmetro médio da entrada; para se obter um bom desempenho do fecho, o diâmetro médio do perfil interno, entre d_1 e d_2 , não deve ser inferior ao diâmetro médio de entrada [19],[24]. A ovalização da entrada do gargalo deve ser menor que 0,5 mm e a ovalização aos 45 mm de profundidade deve ser menor que 1,0 mm. O gargalo deve ter pelo menos 17,5 mm para permitir utilizar um tubo de enchimento com um diâmetro de 16 mm [19],[24].

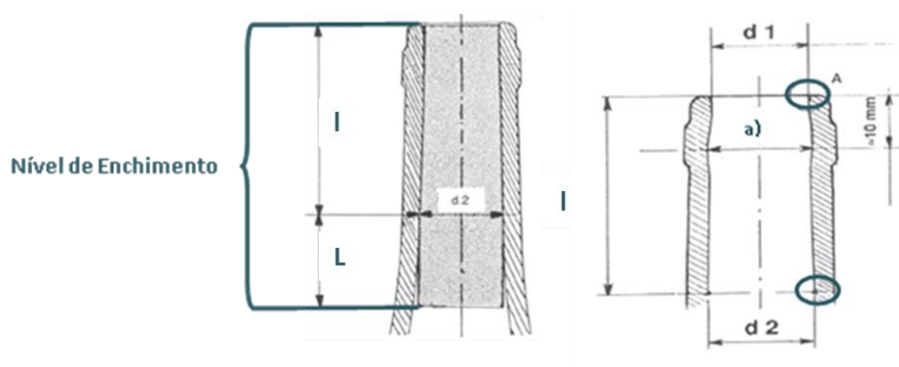


Figura 8 - Esquema de um gargalo e o respetivo perfil interno CE.T.I.E., adaptado de [25].

É também importante adequar a rolha ao tipo de vinho e ao seu destino final, de modo a respeitar a relação entre o comprimento da rolha, o nível de enchimento e o espaço vazio [19].

Existem fatores que têm impacto significativo na pressão desenvolvida dentro da garrafa, tais como o espaço vazio ou *headspace*, o teor alcoólico do vinho, o teor de açúcar do vinho, a composição dos gases presentes no espaço vazio e a temperatura. O espaço vazio a uma temperatura de enchimento de 20 °C deverá ser o suficiente para permitir a dilatação do vinho com uma pressão no interior da garrafa de cerca de 1 bar [24]. Sendo assim, para reduzir os efeitos das alterações da pressão interna, é aconselhável que o enchimento seja feito sob vácuo ou com injeção de CO₂ (este é gradualmente absorvido pelo vinho, levando a que seja criado uma pequena depressão no interior da garrafa). Com a utilização do vácuo ou a injeção de CO₂ o vinho ficará mais protegido contra a oxidação prematura e poderá prevenir-se o desenvolvimento microbiano [25].

Durante o transporte e o armazenamento, o vinho engarrafado pode sofrer variações da temperatura ambiente que acarretam variações do volume de vinho [25]. Pode dizer-se que o vinho expande com o aumento de temperatura, em média cerca de 0,2 ml/ °C, sendo possível prever a partir de que temperatura é que poderá ocorrer fuga para os diferentes comprimentos de rolha e diferentes níveis de enchimento. Por exemplo, para um nível de enchimento de 63 mm, com comprimentos de rolha de 38, 44, 49 e 53 mm o risco de fuga pode ocorrer a partir de 49, 43, 40 e 36 °C, respetivamente; para um nível de enchimento de 55 mm, para comprimentos de rolha, de 38, 44, 49 e 53 mm, o risco de fuga pode ocorrer a partir de 41, 34, 29 e 21 °C, respetivamente [24].

As rolhas devem ser utilizadas idealmente logo após serem recebidas ou então num período máximo de 6 meses, em condições de armazenamento apropriadas (locais livres de odores, sem bolores, frescos e secos com uma temperatura estável entre 15°C e 20°C e uma humidade relativa entre 50 % e 70 %) [25]. As embalagens devem ser abertas apenas quando forem para utilizar as rolhas e as que não forem usadas devem ser novamente embaladas em sacos com dióxido de enxofre, que age como um anti-séptico e antioxidante [25].

Para que ocorra um bom engarrafamento é necessário que sejam realizadas certas operações, tais como: lavagem/enxaguamento da garrafa, eliminação do ar, enchimento, injeção de gás neutro e nivelamento. A lavagem/enxaguamento permite eliminar as impurezas existentes na garrafa (areias, pós do vidro, insetos...), deverá ser um processo rápido, eficaz e que utiliza água desionizada ou ozonada. A segunda etapa consiste na eliminação do ar antes do enchimento. O enchimento é realizado por gravidade com uma ligeira depressão, sendo que normalmente são usadas enchedoras de nível constante. A depressão favorece a remoção do ar e impede a formação de bolhas, menor emulsão do vinho e maior precisão do enchimento (± 1 mm). Recomenda-se que as operações ocorram num intervalo de temperaturas de 15 a 20 °C e no final do enchimento se obtenha cerca de 15 a 20 mm de espaço vazio a 20 °C. Por último, é aconselhada a aplicação de CO₂ antes do arrolhamento de modo a reduzir a oxidação do vinho e a pressão no arrolhamento e a evitar defeitos de arrolhamento, por ausência de pressão (capilaridade, possíveis fugas e regularidade de inserção) e nível de enchimento uniforme.

Para ser possível a introdução da rolha no gargalo da garrafa, a rolha sofre uma compressão adequada, mas para isto ser possível a rolha deve ter um valor de 2 mm inferior ao diâmetro do gargalo na sua embocadura, de modo a evitar compressões da rolha superiores a deformações do diâmetro maiores que 33 % [25]. Durante o arrolhamento, no momento da inserção da rolha, é importante usar bomba de vácuo (de modo a eliminar a pressão interna) e manter o maior tempo possível (idealmente nunca menos que 5 minutos) as garrafas na posição vertical,

permitindo assim que as rolhas recuperem a sua dimensão e se ajustem melhor ao perfil interno do gargalo, otimizando as condições de vedação. Para as rolhas terem um bom desempenho e, conseqüentemente, prolongarem a vida do vinho é fundamental a manutenção do equipamento de engarrafamento. Na Figura 9 pode-se observar alguns dos componentes a ter em atenção.

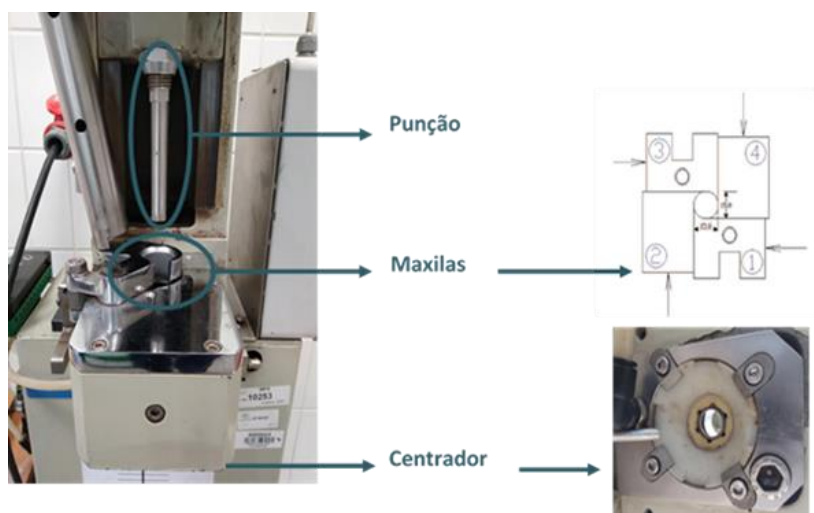


Figura 9 - Equipamento da Máquina de Engarrafar, adaptado de [24]

Alguns dos cuidados a ter com o equipamento são: manter a limpeza dos canais de alimentação das rolhas, assim como todos os mecanismos da máquina; assegurar que o punção tem um diâmetro de 14 mm e que está em bom estado e centrado em relação à rolha, maxilas e gargalo da garrafa; as maxilas devem ser regulares, lisas e sem rugosidades ou defeitos, para não deformar ou alterar a estrutura da rolha; maxilas com diâmetro ótimo de 15,8 mm; o centrador deve ser cónico, com um diâmetro de compressão máximo 15 a 15,5 mm; a superfície do suporte da garrafa deve ser paralelo à punção; as molas de compressão devem ter uma força inicial de (100 ± 20) daN; o funcionamento correto da compensação deve ser de 3 a 5 mm [24],[25].

É de salientar que o vinho engarrafado deverá ser transportado na vertical, em contentores termicamente controlados, secos e livre de odores indesejados [25][26]. As condições das adegas onde as garrafas irão ficar armazenadas contribuem para a qualidade final da rolha e do vinho. Deste modo, a temperatura, a humidade e a higiene das adegas são variáveis de extrema importância recomendando-se as seguintes características: temperaturas entre os 15 °C e os 20 °C; humidade entre os 50 % e os 70 %; espaços isentos de insetos e roedores; e ausência de odores indesejáveis. As garrafas deverão ser mantidas na posição horizontal para que o vinho esteja em contacto com a rolha e esta mantenha as suas propriedades [25].

2.2.4. Extração pelo Consumidor

Durante a extração da rolha pelo consumidor final podem surgir dificuldades relacionadas com diversos fatores: adequação ao perfil de gargalo da garrafa; propriedades físicas da rolha; tratamento de superfície da rolha utilizado; defeitos; condições de armazenamento e transporte a que as garrafas de vinho foram sujeitas; e, antiguidade da garrafa. As dificuldades de extração também poderão estar relacionadas com a utilização incorreta do saca-rolhas, por isso deve-se ter em atenção o modelo e a forma como este é utilizado [19].

O saca-rolhas é um elemento bastante importante para realizar a extração da rolha sem danificar a sua estrutura interna e sem a ocorrência de quebras. Para isto deve permitir uma extração totalmente na vertical, ou seja, que haja tração sem oscilação [25]. O saca-rolhas deve ser introduzido com a maior profundidade possível no centro da rolha, tentando evitar perfurá-la. Existem vários modelos de saca-rolhas, por exemplo de alavanca dupla, de duplo impulso, modelo em "T", *Screwpull* de alavanca e *Screwpull* modelo de mesa. O mais comum é o saca-rolhas "*sommelier*" de duplo impulso, que permite extrair a rolha com facilidade e sempre na vertical, sendo muito usado na restauração [25],[27].

Um das peças mais importantes do saca-rolhas é a sua espiral, que deve ser larga, forte, resistente, de filamento fino e bem afiado, completamente lisa, pouco espessa, sem rebarbas, feita de uma peça única e deve ter pelo menos 7 cm de comprimento. O material mais aconselhado para a sua superfície é *Teflon™*, uma vez que percorrem a rolha com suavidade e sem danificar a sua estrutura interna [25],[27].

2.2.5. Reciclagem

A reciclagem e reutilização de matéria-prima tem como intuito valorizar os subprodutos da produção da rolha de cortiça natural, promover o uso de subprodutos de outras indústrias e integrar no processo produtos de cortiça no fim do ciclo de vida aplicando os princípios de economia circular [5]. Assim, consegue-se reduzir a pegada ambiental, de modo a abrandar as alterações climáticas, regenerar os ecossistemas e estender o ciclo de vida da cortiça e seus benefícios ambientais, em particular a capacidade de retenção de CO₂, [5], [8] .

O ciclo de vida de uma rolha inicia-se quando as pranchas de cortiça são retiradas do sobreiro, sem danificá-lo, e depois são transformadas em rolhas. Estas, após serem usadas, são recolhidas para a reciclagem, onde são trituradas e transformadas em granulado de vários tamanhos. Por último, o granulado de cortiça é usado para outras aplicações, desde revestimentos, pavimentos, produtos de construção, bens de consumo, produtos de *design* e

moda e qualquer outra aplicação (exceto novamente em rolhas), com durabilidade praticamente ilimitadas, mantendo todas as suas características ao longo do tempo [5], [8].

2.3. Propriedades Físico-Mecânicas

A cortiça é um material leve devido, principalmente, à sua estrutura celular e à quantidade de ar presente no material [1]. A aplicabilidade das rolhas de cortiça para a vedação de garrafas e para assegurar a conservação e envelhecimento do vinho deve-se principalmente às suas propriedades físicas e mecânicas.

A cortiça é um material celular que apresenta uma densidade muito variável, uma vez que pode apresentar valores entre 150 a 160 kg m⁻³, mas também poderá ter valores na gama 120 a 200 kg m⁻³ [1][3]. A variação da densidade da cortiça está relacionada com o tipo de cortiça (amadia ou virgem), com o tratamento de cozedura à qual a cortiça é submetida antes de ser processada industrialmente, às dimensões das células, ondulações das paredes celulares, densidade das pranchas de cortiça e dos canais lenticulares presentes na estrutura (porosidade) [3][28].

Como referido anteriormente - ver Capítulo 2.1.5., a cortiça possui diferentes graus de porosidade, uma vez que possui canais lenticulares orientados segundo a direção radial, com diâmetros variáveis e, geralmente, repletos com um material pulverulento. Estes canais possuem à sua volta células esclerificadas que têm paredes celulares espessas e com densidade superior à da cortiça. Deste modo, é de notar que o aumento da porosidade não significa que possa refletir uma diminuição da densidade [3].

2.3.1. Teor de Humidade

Devido à natureza higroscópica da cortiça (ou seja, à sua capacidade de absorver quantidades significativas de água não só nas paredes e no interior das células mas também no interior dos canais lenticulares) ao longo do tempo podem ocorrer fenómenos, tais como, desenvolvimento de microrganismos, degradação, variações dimensionais e alteração do comportamento mecânico das rolhas [3].

O comportamento do produto final (rolhas, granulados, etc.) é influenciado não só pela humidade relativa e temperatura ambiente mas também pela teor de humidade que o próprio material possui em cada momento [2],[4].

O teor de humidade (H) na cortiça é expresso em percentagem e pode ser calculado através da Equação (1), onde m_f representa a massa de material seco e m_i representa a massa da amostra "húmida" [1].

$$H (\%) = \left(\frac{m_i - m_f}{m_f} \right) \times 100 \quad (1)$$

A transferência de água na cortiça depende de dois aspetos, nomeadamente: (i) a composição química do material e a sua heterogeneidade, que está relacionada com as ligações de água nas paredes celulares; (ii) a presença dos canais lenticulares, que aumentam a área de contacto para a adsorção de água [1]. O teor máximo de humidade que pode existir num material depende da sua densidade mássica ou da massa volúmica, uma vez que com o aumento da densidade o volume do interior das células e os espaços intercelulares diminuem e a quantidade de água que pode existir também diminui [1].

A higroscopicidade de um material é a capacidade de fixar água no seu interior, por sorção da água do meio envolvente em função de variações de temperatura e humidade relativa. Verifica-se sorção de vapor de água no interior da cortiça quando a sua pressão é inferior à pressão do vapor do meio ambiente em que está inserida.

O teor de humidade da cortiça varia durante o fluxo de produção das rolhas de cortiça, desde o descortiçamento do sobreiro até à última etapa de produção da rolha. Logo após a extração do sobreiro o teor de humidade das pranchas de cortiça situa-se entre 10 a 50 %, sendo possível observar que a água não se encontra uniformemente distribuída ao longo da prancha. Uma vez que o felogénio ainda se encontra ativo, a barriga da cortiça é húmida e, por outro lado, a costa é seca encontrando-se em equilíbrio com a humidade relativa do ar [1],[17]. Depois de submetida à cozedura e à influência das condições ambientais no início do processo de produção de rolhas, na rabaneação, a cortiça possui valores de humidade de 8 a 16 %, enquanto que no final do processo o teor de humidade das rolhas deverá estar compreendido entre 4 a 8 % [20].

A determinação do teor de humidade de equilíbrio da cortiça, em diversas condições de humidade relativa, é possível quando se mantém a temperatura do sistema sólido-gás e existe variação da humidade ambiente [3]. A curva obtida para a humidade relativa *versus* o teor de humidade de equilíbrio do sólido chama-se isotérmica de adsorção ou dessorção consoante o modo de determinação (aumento gradual da humidade relativa até atingir a saturação ou diminuição gradual da humidade relativa, respetivamente). A adsorção pode ocorrer em várias camadas (multimolecular) e, deste modo, pode haver uma distinção entre os teores de humidade em equilíbrio como se ilustra na Figura 10. A diferença entre as isotérmicas de adsorção e dessorção designa-se histerese.

As curvas de compressão da cortiça (Figura 11), qualquer que seja a sua direção, apresentam três regiões distintas, que estão associadas a diferentes mecanismos de deformação [3],[30].

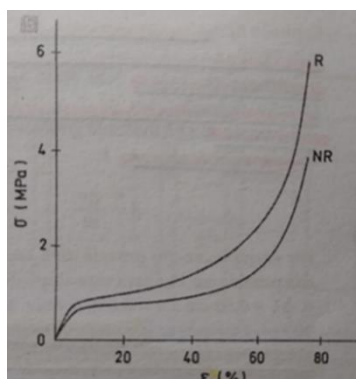


Figura 11 – Curvas experimentais correspondentes à compressão radial (R) e à compressão não-radial (NR), onde ϵ é a extensão (MPa) e σ é a tensão (%), adaptado de [3].

Na primeira região ocorre a deformação elástica, viscoelástica da cortiça, ou seja, quando a força aplicada é retirada existe uma parte elástica que é recuperada imediatamente, não sendo totalmente uniforme, devido à não homogeneidade do material. Esta deformação resulta principalmente da flexão de paredes e arestas das células. A análise desta deformação tem como objetivo prever as constantes elásticas, nomeadamente os módulos de *Young* e de distorção (corte) e os coeficientes de *Poisson* [3]. Na segunda região ocorre o colapso das células por encurvadura das paredes celulares, acompanhada de deformação permanente. Esta deformação é irreversível, contudo poderá haver alguma recuperação na descarga relacionada com a viscoelasticidade da cortiça, mas a célula não volta à sua forma inicial [3]. Na terceira e última região, a curva é caracterizada por um elevado declive, uma vez que ocorre o esmagamento de células ou densificação. A densificação ocorre quando as paredes celulares começam a ser comprimidas e a tocar-se progressivamente [3].

A direção de compressão que afeta significativamente o Módulo de *Young* é a direção radial, sendo que corresponde à orientação das lenticelas que reforçam a rigidez do material quando a tensão é aplicada ao longo das direções de crescimento [31]. Assim, a cortiça apresenta uma maior resistência à compressão ao longo da direção radial, sendo independente da origem da cortiça. Contudo, as propriedades compressivas da cortiça podem ser influenciadas pela composição química da parede celular, pelos anéis de crescimento e pela densidade [32]. Na cortiça, quanto maior for a sua densidade e conseqüentemente quanto mais pequenos forem os anéis de crescimento, geralmente, maior vai ser a resistência à compressão [32]. Em relação à composição química da parede celular a lenhina é responsável pela resistência sob compressão

e a suberina contribui para as propriedades de elasticidade e relaxação, assim quanto maior for a relação entre estes dois compostos menos força é necessária para ocorrer a deformação [32].

Relativamente ao efeito da hidratação nas propriedades mecânicas das rolhas naturais, quando a humidade relativa é superior a 50 % há um aumento do teor de humidade da rolha, o que leva à diminuição da rigidez do material (diminuição significativa do *Módulo de Young*) [33].

2.3.3. Comportamento à Torção

Durante a extração de uma rolha do gargalo da garrafa a rolha é sujeita a forças de torção quando o saca-rolhas não se encontra completamente introduzido na rolha [3]. Na torção é aplicado um momento de torsor (M_t), binário, que origina uma deformação angular (θ), onde as geratrizes longitudinais sofrem distorção inclinando-se em relação à posição inicial [3]. O momento de torsor origina, no interior da rolha, tensões de corte ou de cisalhamento (τ) [3]. Deste modo, é possível determinar a tensão de corte a partir do momento do torsor, através da Equação 2,

$$\tau \text{ (DaN cm}^{-2}\text{)} = \frac{32 \cdot M_t}{2\pi \cdot d^3} \quad (2)$$

onde d representa o diâmetro da rolha [3]. A quebra ocorre quando a tensão de cisalhamento máxima é atingida [3]. Os poros têm um grande efeito na resistência à tração da cortiça e a fratura, geralmente, inicia-se à beira de um poro [1].

3. Materiais e Métodos

3.1. Materiais

Neste projeto foram utilizadas rolhas de cortiça naturais com lavação *pré-light* e revestimento *light*, fornecidas pela Amorim Cork. Testaram-se diferentes calibres (comprimento e diâmetro) e classes (Flor, Extra, Superior, 1ª e 2ª) conforme ilustrado na Figura 12.

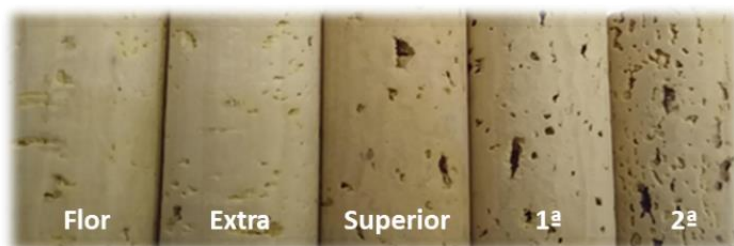


Figura 12 – Ilustração das classes de rolhas utilizadas nos ensaios realizados.

Para o estudo do impacto da humidade das rolhas no seu desempenho em garrafa e nas suas propriedades físico-mecânicas foi realizada a monitorização de 13 lotes de rolhas *Naturity*® engarrafadas em clientes diferentes e de 23 lotes de rolhas *Naturity*® em *stock*. As características dos lotes analisados neste trabalho encontram-se representados na Tabela 2 (rolhas *Naturity*® engarrafadas em clientes) e na Tabela 3 (rolhas *Naturity*® em *stock*).

Tabela 2 - Caracterização das rolhas de cortiça naturais usadas na monitorização dos cinco lotes de rolhas *Naturity*® engarrafadas em cliente.

Ensaio	Calibre (mm x mm)	Classe	Lavação	Processo <i>Naturity</i> ®
1	45x24	Superior	<i>Light</i>	Sim
2	45x24	Superior		Sim
3.A	49x24	Extra		Sim
3.B	49x24	Extra		Sim
3.C	49x24	Extra		Não
4	49x24	Extra		Sim
5	49x24	Extra		Sim

Tabela 3 - Caracterização das rolhas de cortiça naturais usadas na monitorização dos 14 lotes de rolhas *Naturity*® em stock.

Ensaio	Calibre (mm x mm)	Classe	Lavação	Processo <i>Naturity</i> ®
B	49x24	Extra	<i>Light</i>	Sim
C	49x24	Extra		Sim
D	49x24	Extra		Não
G	49x24	2ª		Sim
H	49x24	2ª		Sim
I	49x24	2ª		Não
M	45x24	Extra		Sim
N	45x24	Extra		Sim
O	45x24	Extra		Não
R	45x24	2ª		Sim
S	45x24	2ª		Sim
T	45x24	2ª		Não
X	49x24	Extra		Sim
Y	49x24	Extra		Sim

3.2. Metodologias

- **Monitorização dos lotes de rolhas *Naturity*® engarrafadas em cliente**

Após a seleção do tipo de rolhas a utilizar para avaliar o efeito do tempo em garrafa, todas as rolhas dos diferentes lotes foram identificadas. Posteriormente foi realizada uma caracterização inicial, com o auxílio do MedCork para obter a avaliação dimensional e física para cada rolha (humidade (H, %) e massa inicial (m_i , g), massa volúmica aparente (ρ , kg m^{-3}), comprimento (l, mm), diâmetros (d, mm) e ovalidade (mm)).

Após aplicação do tratamento de superfície às rolhas, cada lote foi engarrafado no respetivo cliente e enviado para a Cave Técnica da Amorim Cork, onde ficaram armazenadas na posição horizontal até ao momento de abertura. No momento em que chegam à Amorim Cork é realizado um protocolo inicial a cada lote, ou seja, de cada lote são retiradas seis garrafas às quais são realizados testes para avaliar o engarrafamento realizado e que efeitos poderá ter no desempenho da rolha ao longo do tempo. Para cada garrafa determina-se, com o auxílio de um paquímetro digital, a inserção da rolha (mm), o nível de enchimento (mm) e o espaço vazio (mm). Registam-se também a pressão interna (bar) usando um afrómetro, as forças de extração

(daN) medidas com um dispositivo que possui um dinamómetro, a massa (g) medida numa balança analítica, a humidade (%) lida com um higrómetro, e alguma anomalia visual que a rolha apresente. O perfil interno de cada garrafa é avaliado com o equipamento PerfiLab (*Egitron*).

Ao fim de cada período de monitorização definido (um, três, seis e doze meses) foi realizada a extração das rolhas em duas condições diferentes, à temperatura ambiente e no frio (neste caso, antes da extração as garrafas foram colocadas durante 48 h no frigorífico a 4 °C.), realizando-se a extração manual e automática para cada uma destas condições. Posteriormente à extração da rolha foram efetuados testes de controlo de qualidade (forças de extração manual e automática, humidade, absorção, progressão capilar e quebras), utilizados para avaliar o seu desempenho em garrafa. Na Figura 13 encontra-se representado um esquema desta metodologia.

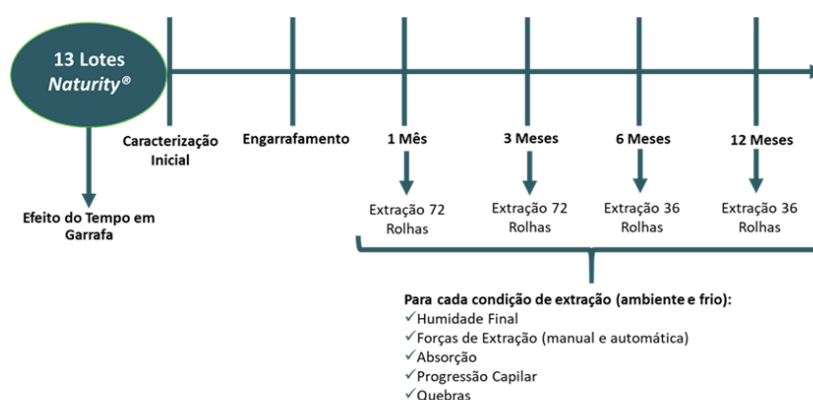


Figura 13 - Esquemática da Metodologia da Monitorização dos 13 Lotes *Naturity*® engarrafados em cliente.

Monitorização dos lotes de rolhas *Naturity*® em stock.

Para avaliar o efeito do tempo em *stock* a monitorização dos 23 lotes *Naturity*® é dividida em duas partes: na primeira parte será avaliado o desempenho das rolhas em garrafa durante um mês; e, na segunda parte serão avaliadas as propriedades físico-mecânicas das rolhas.

Na primeira parte desta monitorização, para cada lote foi realizado o procedimento de monitorização descrito na seção anterior, ou seja, foi feita uma caracterização inicial e posteriormente o tratamento de superfície, após o qual as rolhas permaneceram no laboratório ao longo de seis meses. Ao fim de cada período em *stock* (meio, um, três e seis meses) as rolhas são engarrafadas no laboratório e deste modo será avaliado o efeito do tempo que as rolhas permaneceram em *stock* (depois do tratamento até serem engarrafadas) com o tempo que permaneceram na garrafa, desde que foram engarrafadas até à abertura da garrafa.

Terminando o período definido das rolhas em garrafa é realizada a extração manual e automática a duas condições diferentes, ambiente e frio. Para cada condição de extração serão

efetuados testes de controlo de qualidade (forças de extração manual e automática, humidade, absorção, progressão capilar e quebras), como na metodologia apresentada anteriormente. Na Figura 14 encontra-se representado uma esquematização da metodologia da primeira parte do trabalho para estudar o impacto do efeito do tempo em *stock*.

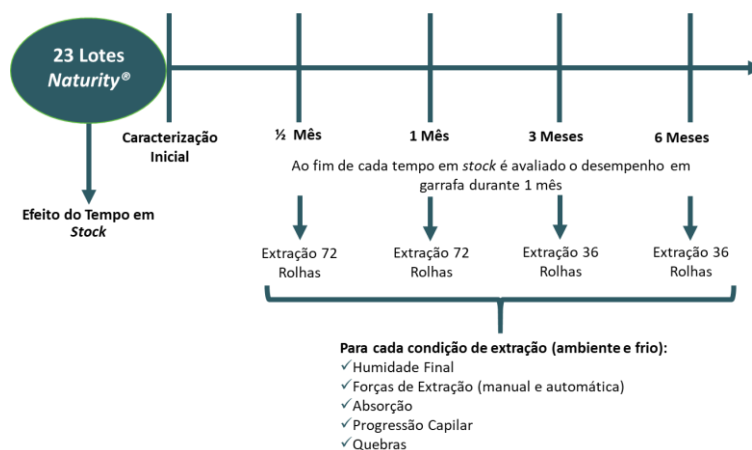


Figura 14 - Esquematização da Metodologia da Monitorização dos 23 Lotes Naturity® em *stock*, no seu desempenho em garrafa (primeira parte).

Relativamente à segunda parte, não foi efetuada uma identificação ou caracterização inicial às rolhas em análise, mas sim no final de cada tempo em *stock* (meio, um, três e seis meses). As rolhas destes lotes foram submetidas a ensaios físico-mecânicos para analisar se o efeito do tempo em *stock* influencia as propriedades físico-mecânicas das rolhas que são submetidas ao processo Naturity®. É de referir que, como não foi realizada uma caracterização inicial, considera-se a humidade inicial de cada lote igual à humidade referente ao primeiro período de monitorização analisado. Na Figura 15 encontra-se representado uma esquematização da metodologia da segunda parte do impacto do efeito do tempo em *stock*.

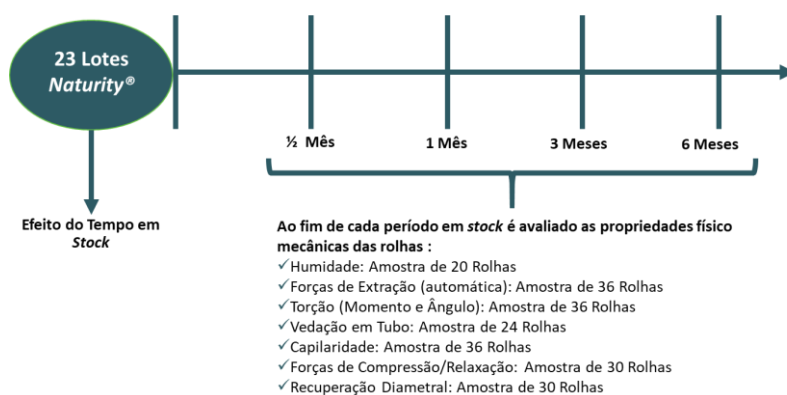


Figura 15 - Esquematização da Metodologia da Monitorização dos 23 Lotes Naturity® em *stock*, na avaliação das propriedades físico-mecânicas das rolhas (segunda parte).

3.3. Métodos de Controlo

Como já foi referido anteriormente, para a avaliação do desempenho em garrafa e das propriedades físico-mecânicas das rolhas foram realizados ensaios de controlo de qualidade no Centro Analítico da Amorim Cork, no Laboratório Partilhado da UI de Lamas e De Sousa e no laboratório de qualidade da UI da Amorim Distribuição. Os métodos utilizados neste projeto foram: Análise Dimensional, Teor de Humidade, Forças de Extração, Absorção, Progressão Capilar, Torção, Vedação ao Líquido, Capilaridade, Forças de Compressão/Relaxação e Recuperação Diametral.

Para garantir uma avaliação dimensional e física das rolhas, segundo a norma interna ME.GR.DCQ.18/6, é realizada uma caracterização inicial às rolhas, com o auxílio do MedCork, antes de serem realizados testes físico-mecânicos. O MedCork (*Egitron*), representado na Figura 16-A, é um equipamento desenvolvido para a indústria corticeira que permite obter as dimensões, humidade, massa e massa volúmica aparente das rolhas cilíndricas de cortiça e de rolhas de cortiça capsuladas. Possui um sistema de alimentação automática (conjunto de tubos-armazém) levando a que haja facilidade na realização do ensaio, redução do tempo dispensado nestas medições e eliminação de erros associados à medição, ou seja, maior rigor de resultados [34].

A medição do teor de humidade é realizada com o higrómetro, baseado num método dielétrico, que mede indiretamente o teor de água através da produção de uma corrente elétrica contínua originada pela introdução de um par de eléctrodos na rolha, segundo a norma interna ME.GR.DCQ.04/3. Esta medição foi efetuada utilizando dois tipos de higrómetros KPM *Aqua-Boy*, o KOM I (na gama de 2 % a 10 %) e o KOM II (na gama 5 % a 20 %). Os higrómetros utilizados (Figura 16-B, C, D) são compostos por um registador e por eléctrodos de duas ou quatro agulhas. O princípio desta medição baseia-se na condutividade elétrica, onde os eléctrodos encontram-se posicionados paralelamente, sem haver contacto entre eles, de modo que um possa produzir uma corrente elétrica enquanto o outro possa agir como recetor e registar a resistência provocada pelo fluxo da corrente. O higrómetro é um aparelho portátil, de fácil manuseio e que permite obter resultados instantâneos. Contudo, é de realçar que a medição deve ser feita no centro do corpo da rolha, de modo à medição do teor de humidade não ser influenciada pela humidade do topo superior, em contacto com o exterior, nem com a do topo inferior, em contacto com o vinho. De acordo com a especificação, a humidade registada deste modo deverá estar compreendida entre 4 a 8 %.

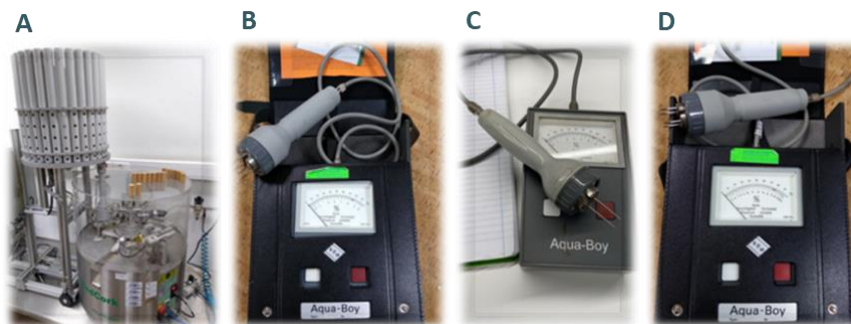


Figura 16 - Medcork (A) e Higrómetros KPM *Aqua-Boy* KOM I de quatro e de dois elétrodos (B e C) e KOM II de quatro elétrodos (D).

O ensaio para determinar as forças de extração consiste na medição (automática ou manual) da força necessária para extrair uma rolha de cortiça do gargalo de uma garrafa. No método automático de determinação das forças de extração (norma interna ME.GR.DCQ.50/6, baseada na ISO 9725-5, Rolhas Cilíndricas de Cortiça. Ensaio Físicos. Parte 5-Determinação das forças de extração), as rolhas deverão estabilizar durante 24 h após aplicado o tratamento de superfície antes de serem engarrafadas. Após este período de estabilização deve-se limpar o interior do gargalo com álcool etílico, antes do engarrafamento, de modo a remover quaisquer impurezas que possam existir. Os equipamentos utilizados foram um dispositivo que possui um dinamómetro *Mecmesin* e uma arrolhadora *Epsilon R/S*, da *Bertolaso* (Figura 17-A e C). Após o engarrafamento as rolhas deverão estabilizar em garrafa, (no mínimo durante 1 h, sendo o ideal 24 h) antes de se proceder à sua extração. Os valores obtidos são considerados adequados se compreendidos entre 15 a 45 daN. A avaliação do desempenho em garrafa, foi realizada após cada período de monitorização definido, utilizando duas condições de extração diferentes, à temperatura ambiente e no frio (neste caso, antes da extração as garrafas foram colocadas durante 48 h no frigorífico a 4 °C) Na extração manual foi utilizado um saca-rolhas de duplo-impulso (Figura 17-B), com uma espiral com cerca de 50,7 mm de comprimento e uma hélice de 6,5 mm de diâmetro.

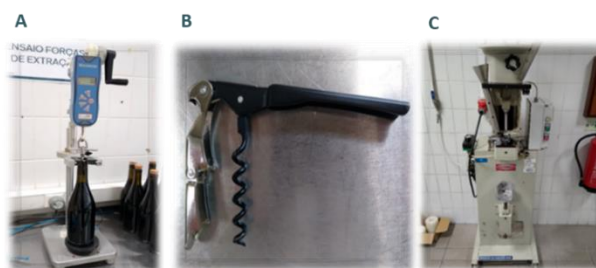


Figura 17 - Equipamentos utilizados na medição das forças de extração automática (*Mecmesin*-A), na extração manual (saca-rolhas duplo impulso-B) e no arrolhamento nos diferentes ensaios (Arrolhada *Epsilon R/S*, da *Bertolaso*-C).

O método de ensaio da absorção consiste na determinação da quantidade de vinho absorvido pelas rolhas de cortiça após cada período de monitorização definido. Para a sua determinação é necessário obter a massa inicial de cada rolha (m_i), a partir da caracterização inicial, e pesar a massa final da rolha após a extração (m_f). Neste ensaio usou-se uma balança analítica, KERN PLS, com resolução 0,01 g. A percentagem de vinho absorvido pela rolha é dada pela Equação 3.

$$\text{Absorção em garrafa (\%)} = \left(\frac{m_f - m_i}{m_i} \right) \times 100 \quad (3)$$

De modo a efetuar a medição do pico mais alto da subida de vinho na superfície da rolha existem dois métodos de ensaio diferentes. No primeiro mede-se a progressão capilar (mm), com o auxílio de um paquímetro digital após a extração da rolha de cortiça. O outro método consiste na medição da capilaridade, colocando um topo das rolhas num tabuleiro com vinho tinto (cerca de 3 mm), durante 24 h. Após este período, segundo a norma interna ME.GR.DCQ.28/4, regista-se o nível da subida de líquido na superfície das rolhas.

A torção tem como objetivo medir a resistência da rolha quando é submetida a uma força de torção. Contudo, até ao momento, não existe uma especificação definida para este método aplicado a rolhas naturais. Assim, neste projeto, este ensaio foi realizado com base na norma interna ME.GR.DCQ.36/2 para rolhas aglomeradas – este método consiste em posicionar a rolha entre as maxilas do torsiómetro (*TorsiLab da Egitron*) (Figura 18-A) e, após ter sido presa por duas garras colocadas uma em cada topo, será torcida até ao ponto de rutura [3]. No fim do ensaio obtêm-se os dados do momento do torsor (binário máximo suportado, expressos em daN cm), o ângulo de torsão (°) e a tensão de corte (daN cm⁻²).

A medição da vedação ao líquido consiste em engarrafar as rolhas previamente tratadas em tubos cónicos (diâmetros internos no topo e na base de 18,5 mm e 20,0 mm), de modo a simular o gargalo de garrafa, sujeitos a diferentes pressões internas (ver Figura 18-B). Segundo a norma ISO 9727-6, após o engarrafamento as rolhas devem estar a repousar nos tubos no mínimo 1 h (para se adaptarem ao interior do tubo) após o que se introduz (com uma seringa) cerca de 2 ml de vinho tinto, em cada tubo. Posteriormente os tubos são colocados num sistema de injeção de ar, distribuído a uma pressão de 0,5 bar a cada tubo, durante 10 min, sendo a pressão aumentada de 0,5 bar em 0,5 bar, a cada 10 min, até 0,8 bar, e, por último, aumentada até 1,2 bar. Neste ensaio é controlado a presença de migração, progressão capilar na superfície da rolha, e/ou fugas internas e externas (migração total).

O método de ensaio das forças de compressão/relaxação consiste na simulação da compressão necessária à inserção da rolha na garrafa e à sua adaptação ao gargalo. Tal como o

ensaio de torção não existe uma especificação definida para rolhas naturais, pelo que o método de ensaio aplicado neste projeto foi baseado na norma interna definida para as rolhas aglomeradas. De acordo com a norma interna ME.DQL 54/1 inicia-se este ensaio com a medição do diâmetro médio (d_i) de cada rolha com um comparador ou paquímetro digital. Posteriormente, utilizando o equipamento representado na Figura 18-C, a rolha é comprimida para um valor de diâmetro de 16,5 mm ($d_i-16,5$), sendo recolhida a respetiva força de compressão, F_c (daN). De seguida a rolha é descomprimida até um diâmetro de 19,5 mm ($d_i-19,5$) durante 5 min e ao fim deste período obtém-se o valor correspondente à força de relaxação da rolha, F_r (daN). Por fim, imediatamente após a compressão das rolhas, realizou-se a medição do diâmetro (d_f) para se obter a recuperação diametral, através da Equação 4.

$$RD (\%) = \frac{d_f}{d_i} \times 100 \quad (4)$$

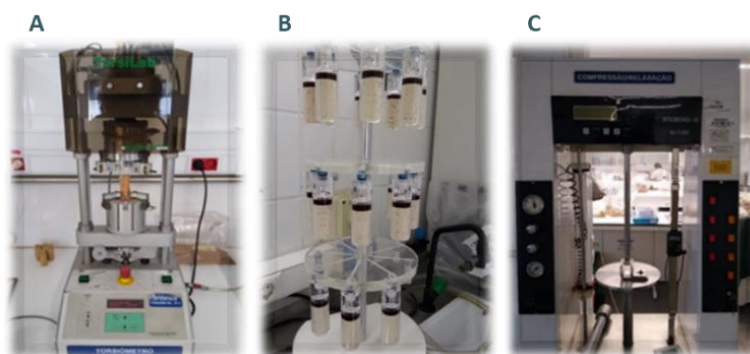


Figura 18 - Equipamento utilizado para a realização do ensaio de torção (Torsiómetro, *Torsilab-A*), para o ensaio de vedação ao líquido (carrossel de vedação-B) e para o ensaio de Compressão/Relaxação (C).

A recuperação diametral (isto é a capacidade que a rolha tem de recuperar ao seu diâmetro inicial) consiste na determinação da taxa de recuperação da rolha de cortiça natural em diferentes tempos, quando é submetida à simulação do arrolhamento. De acordo com a norma espanhola UNE 56921:2003 inicia-se este ensaio com a medição do diâmetro médio inicial da rolha (d_i) e, posteriormente, cada rolha é comprimida na arrolhadora *Epsilon R/S*, da *Bertolaso* (Figura 17), durante 1 min. Logo após o aperto mede-se novamente o diâmetro médio final (d_f) instantâneo e após 5 min, 1 h e 24 h. É de referir que a medição do diâmetro inicial e final deve ser feita sempre no mesmo sítio, por isso a rolha deve ser marcada previamente. Com os dois diâmetros, inicial e ao fim de cada período definido, calcula-se a taxa de recuperação diametral (RD, %), para cada instante, através da Equação 4.

4. Discussão e Análise de Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos e a sua discussão, pela ordem de jusante para montante na cadeia de produção das rolhas. Além disso, incorporam-se nesta discussão outros dados obtidos por estagiários no âmbito das dissertações de mestrado realizadas na Amorim Cork em anos anteriores [35],[36]. Os dados obtidos em relação ao impacto da humidade de rolhas em garrafa foram o ensaio 1 (1, 3, 6 e 12 meses em garrafa), o ensaio 2 (1, 3 e 6 meses em garrafa), os ensaios 3.A, 3.B e 3.C (1 e 6 meses em garrafa), o ensaio 4 (3 meses em garrafa) e o ensaio 5 (1 e 3 meses em garrafa). Relativamente ao impacto da humidade das rolhas em garrafa e nas propriedades físico-mecânicas foram os ensaios B, C, D, G, H, I, M, N, O, R, S e T em todos os períodos de monitorização analisados e os ensaios X e Y em todos os períodos de monitorização exceto ao fim de 6 meses em *stock*.

Implementou-se uma análise estatística utilizando o *Statistical Package for the Social Sciences* (SPSS®) da IBM®. Realizaram-se testes de hipóteses, para um nível de significância de 5%, foi testada a normalidade de variáveis contínuas, aplicando o Teste de *Shapiro-Wilk* para todas as variáveis, e a igualdade de variâncias foi avaliada com o Teste de *Levene*. Os testes aplicados no tratamento de dados encontram-se representados nos Fluxogramas em Anexo B [37]. Foram aplicados testes *Post-Hoc* após comparação de várias amostras, de modo a verificar quais as variáveis que diferem significativamente.

Os resultados obtidos serão apresentados em diagrama de extremos e quartis, também designado por caixa de bigodes ou *box-plot*. Através da caixa de bigodes (Figura 19) consegue-se observar a mediana (2º quartil), o 1º (Q1) e o 3º (Q3) quartis, os limites superiores e inferiores e eventuais *outliers* e *outliers* extremos. É de referir que quanto mais pequena for a caixa, maior é a concentração (menor dispersão) para, pelo menos, 50 % das observações.

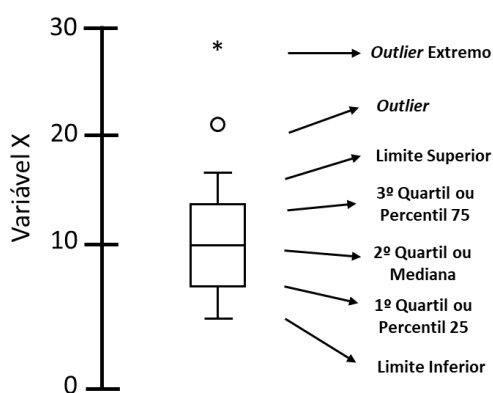


Figura 19 - Representação de uma caixa de bigodes ou *box-plot*, adaptado de [37].

4.1. Impacto da humidade de rolhas no seu desempenho em garrafa

4.1.1. Efeito do Tempo em Garrafa

De modo a avaliar o impacto da humidade (H, %) das rolhas no seu desempenho em garrafa, ao longo do tempo, foram realizados ensaios com treze lotes diferentes de rolhas *Naturity*[®] engarrafadas em clientes diferentes. É de referir que neste trabalho só serão analisados os resultados relativos a cinco desses ensaios, uma vez que nos restantes os períodos de monitorização ainda não se encontram concluídos.

Este estudo teve como objetivo avaliar a variação da humidade das rolhas, ao longo do tempo em garrafa, bem como os parâmetros físico-mecânicos das rolhas (humidade, forças de extração automática e absorção). Também foi avaliada a existência de diferenças nos parâmetros físico-mecânicos consoante duas condições de extração da rolha, à temperatura ambiente e no frio (conforme descrito no subcapítulo 3.2). É de referir que nos Ensaios 1 e 5, para os quais não foi realizada uma caracterização inicial às rolhas, avaliou-se apenas a humidade final (H_{final} , %) das rolhas e as forças de extração, consoante a condição de extração (ambiente e frio). Os resultados obtidos para a humidade, absorção e forças de extração das rolhas extraídas nos diferentes ensaios encontram-se na Tabela C.1 (em Anexos C) e apresentam-se nas Figuras 20 a 22.

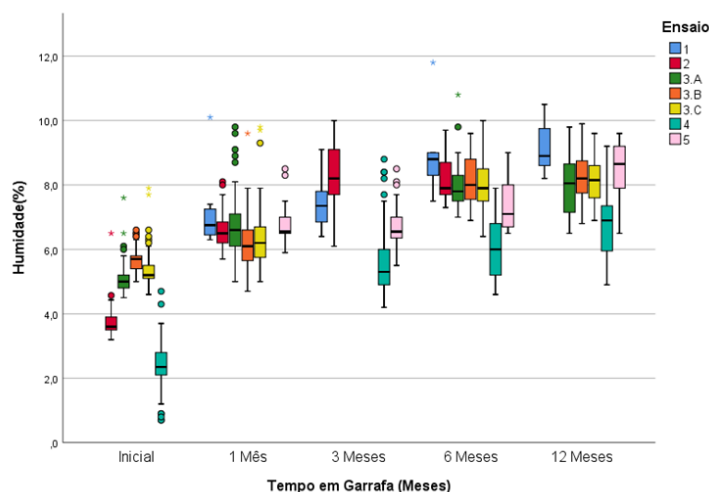


Figura 20 - Evolução da humidade (%) em função do tempo em garrafa (meses) nos diferentes ensaios de rolhas *Naturity*[®], ensaios 1, 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.

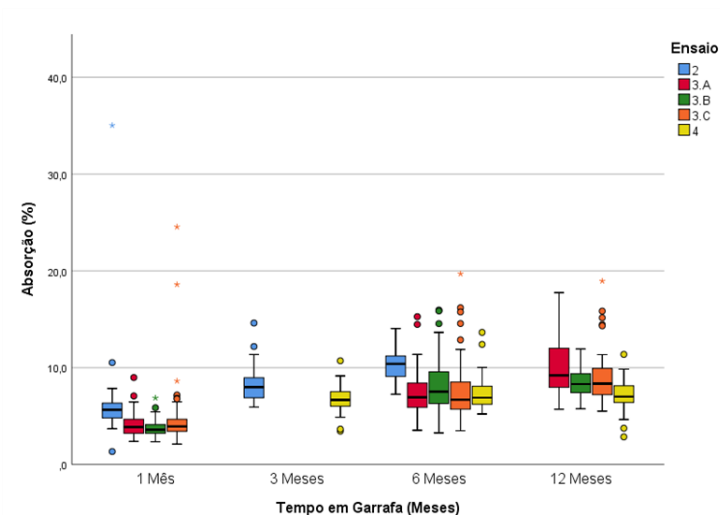


Figura 21 - Evolução da absorção (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo em garrafa, para os ensaios 2, 3.A, 3.B, 3.C e 4.

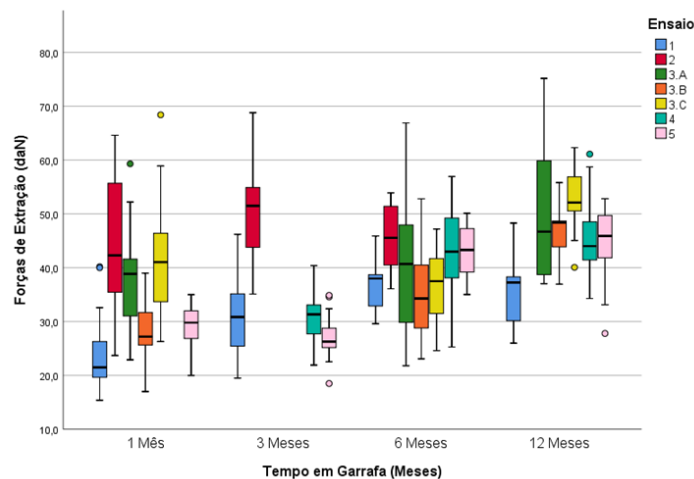


Figura 22 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas ao longo do tempo em garrafa, os ensaios 1, 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.

Os resultados apresentados na Figura 20 permitem verificar que os valores de humidade inicial (antes do engarrafamento) variam entre ensaios e que existe também uma variação da H_{final} (após engarrafamento) ao longo do tempo em garrafa. A humidade da rolha após um mês em garrafa aumenta, em comparação com a $H_{inicial}$, como seria de esperar, pois as garrafas encontram-se posicionadas na horizontal pelo que a rolha está em contacto com o vinho. Como a humidade relativa é superior a 95 % ocorre a difusão da humidade (do vinho) na rolha. Nas Figuras 21 e 22 pode-se verificar que existe também uma variação quer da absorção quer das forças de extração ao longo do tempo em garrafa.

Através de um teste de hipóteses (significância 5 %) é possível concluir que os valores de humidade, absorção e forças de extração variam significativamente ao longo do tempo em todos os ensaios – ver resultados na Tabela 4. Resultados similares, apresentados na Tabela C.2 no Anexo C, permitem constatar que ao fim de doze meses em garrafa, em comparação com os resultados ao fim de um mês, os parâmetros apresentam diferenças significativas em todos os ensaios e que após seis meses em garrafa não existem diferenças na absorção.

Para todos os períodos de monitorização definidos a extração foi realizada em duas condições diferentes (ambiente e a frio), Através dos resultados obtidos (ver Figuras C.1 a C.3 e a Tabela C.3, em Anexo C) pode-se concluir que existem diferenças significativas em todos os parâmetros, contudo não existem diferenças em todos os ensaios e em todos os períodos de monitorização. De um modo geral, observam-se diferenças significativas nas condições de ensaio ao fim de um mês em garrafa, quer para a humidade quer para as forças de extração e, com um maior impacto, ao fim de seis meses de garrafa para as forças de extração.

Tabela 4 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados da humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em garrafa (t_i , onde $i = 1, 3, 6$ ou 12 meses), para os ensaios analisados. Teste de hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p > 0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p < 0,05$).

		t1 vs t3	t1 vs t6	t1 vs t12	t3 vs t6	t3 vs t12	t6 vs t12
Ensaio 1	H _{final} (%)	0,957	0,001	<0,0001	0,017	<0,0001	1,000
	Abs (%)	-	-	-	-	-	-
	F _e (daN)	0,002	0,003	<0,0001	1,000	0,083	0,999
Ensaio 2	H _{final} (%)	<0,0001	<0,0001	-	1,000	-	-
	Abs (%)	<0,0001	<0,0001	-	0,019	-	-
	F _e (daN)	0,058	0,922	-	0,260	-	-
Ensaio 3.A	H _{final} (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	1,000
	Abs (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	<0,0001
	F _e (daN)	-	0,654	0,008	-	-	0,051
Ensaio 3.B	H _{final} (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	1,000
	Abs (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	0,691
	F _e (daN)	-	0,003	<0,0001	-	-	<0,0001
Ensaio 3.C	H _{final} (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	1,000
	Abs (%)	-	<0,0001	<0,0001	-	-	0,023
	F _e (daN)	-	0,365	0,006	-	-	<0,0001
Ensaio 4	H _{final} (%)	-	-	-	0,045	0,000	0,015
	Abs (%)	-	-	-	0,208		
	F _e (daN)	-	-	-	<0,0001	<0,0001	0,589
Ensaio 5	H _{final} (%)	1,000	0,274	<0,0001	0,097	<0,0001	0,417
	Abs (%)	-	-	-	-	-	-
	F _e (daN)	0,451	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,930

Posteriormente, de modo a avaliar a relação entre as diferentes variáveis em estudo foram aplicados testes de correlação. Os resultados obtidos (ver Tabelas C.4 a C.10, no Anexo C) permitem concluir que existe relação entre: a humidade inicial e final ao fim de três e seis meses em garrafa; entre a humidade final e a absorção ao longo de todos os períodos de monitorização; entre as forças de extração e as condições de extração (ambiente e frio).

Em suma, com este estudo foi possível constatar que não há uma relação significativa entre a humidade inicial da rolha e as variáveis de desempenho em garrafa (humidade final, absorção e forças de extração). É de referir que este estudo consiste em treze ensaios de lotes diferentes de rolhas *Naturity*[®], contudo só foram analisados os lotes cujo período de monitorização ficou concluído antes de terminar o estágio na empresa.

4.1.2. Efeito do Tempo em *Stock*

Para avaliar o impacto do efeito do tempo em *stock* no desempenho em garrafa, foi realizado um estudo com 23 ensaios de rolhas *Naturity*[®] com diferentes classes, calibres e condições de tratamento. É de referir que neste trabalho serão analisados os resultados relativos a 14 desses ensaios, uma vez que apenas estes tinham concluídos os possíveis períodos de monitorização para a realização da análise.

Analisou-se o desempenho das rolhas em garrafa (ao fim de um mês de engarrafamento), após terem sido submetidas a períodos prévios de *stockagem* de meio, um, três e seis meses. Cada lote de rolhas está dividido em três ensaios, onde as rolhas dos dois primeiros ensaios foram submetidas ao processo *Naturity*[®] em diferentes condições de operação, e o terceiro ensaio funciona como branco (não foi submetido ao processo *Naturity*[®]). Contudo, um dos lotes apenas foi dividido em dois ensaios, X e Y, ambos submetidos ao processo *Naturity*[®] às mesmas condições de operação, diferindo apenas no número de passagens no processo (uma ou duas passagens - ensaios X e Y, respetivamente). Os valores obtidos para a humidade destes ensaios encontram-se representados nas Figuras 23 e 25.

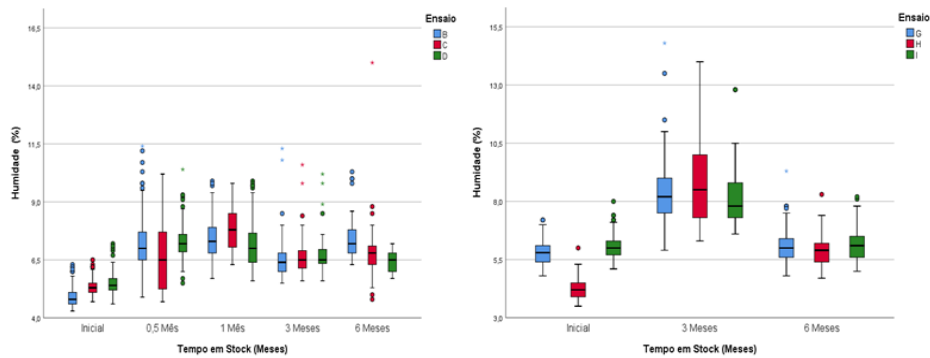


Figura 23 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I. (à direita).

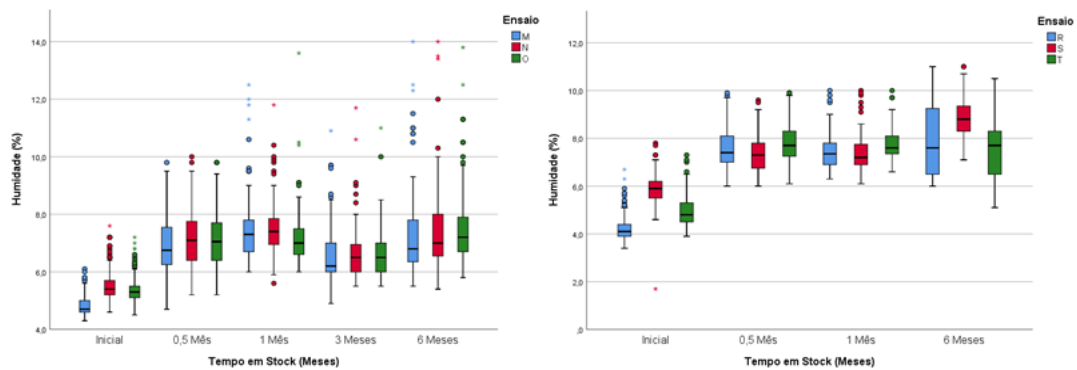


Figura 24 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).

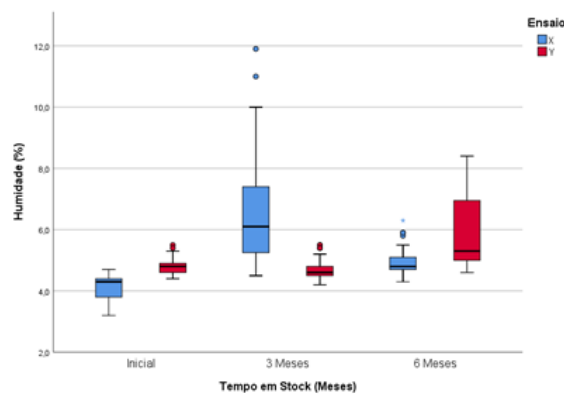


Figura 25 - Evolução da humidade inicial e final (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios X e Y.

Analisando os resultados das Figuras 23 a 25 observa-se que os valores obtidos da humidade inicial (antes do engarrafamento) variam entre ensaios e existe também uma variação da humidade final (após engarrafamento) ao longo do tempo em *stock*. De um modo geral é possível constatar que a humidade final aumenta, comparativamente à humidade inicial, em todo os ensaios. Além disso, constata-se que a média da humidade inicial de todos os ensaios encontra-se no intervalo aconselhado, entre 4-8 % (ver dados nas Tabelas D.1 a D.5, no Anexo D).

Nas Figuras 26 a 28 apresentam-se os resultados da absorção ao longo do tempo em *stock*. No Anexo D (Tabelas D.1 a D.5) apresentam-se os valores médios obtidos em todos os ensaios. Pode-se constatar que existe uma variação da absorção em função do tempo em *stock*, verificando-se uma maior dispersão dos resultados de absorção no Ensaio B, ao fim de 3 meses em *stock*. Os resultados obtidos mostram que os valores da absorção são inferiores a 15 %, para todos os ensaios (Tabela D.1 a D.5 em Anexos D) e ao longo de todos os períodos de monitorização definidos. Este valor de absorção é considerado aceitável para as rolhas naturais não submetidas ao processo *Naturity*[®], apesar de não existir nenhuma especificação para este parâmetro.

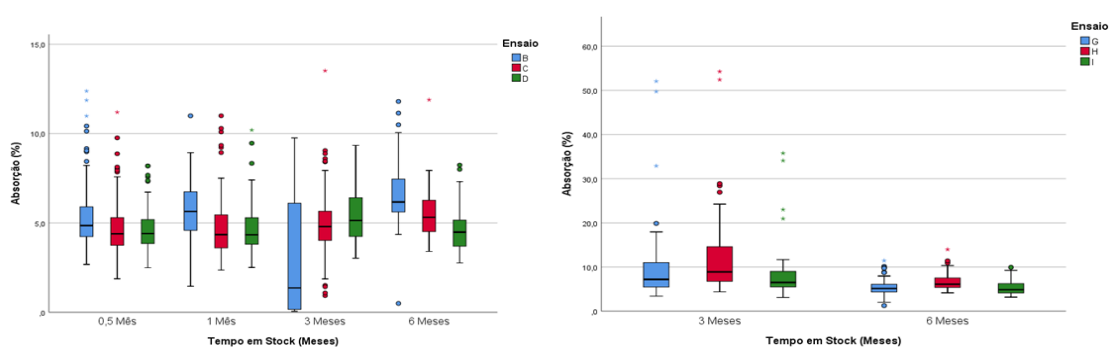


Figura 26 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I (à direita).

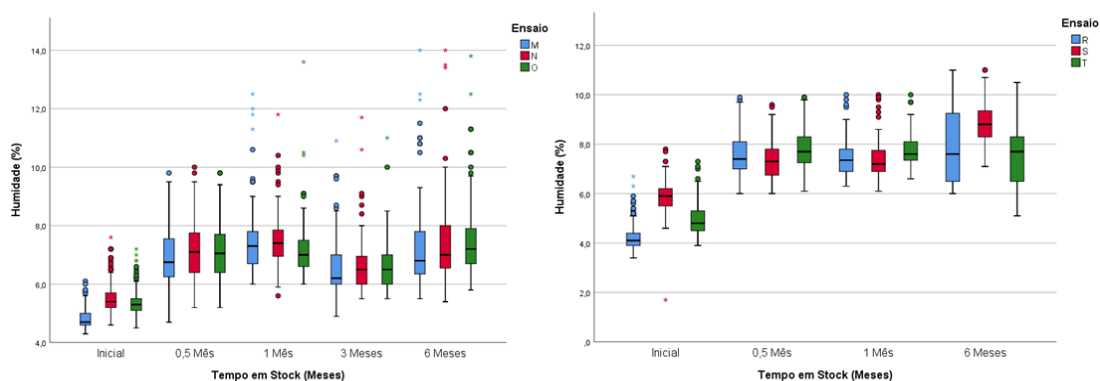


Figura 27 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).

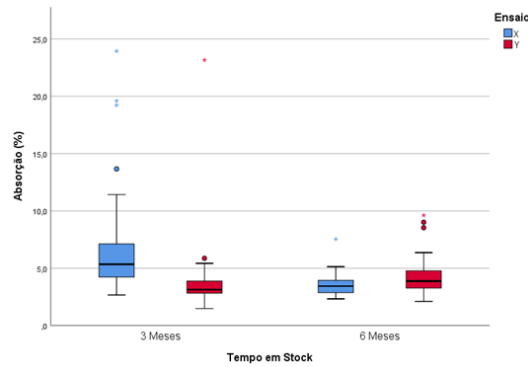


Figura 28 - Evolução da absorção (%) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios X e Y.

Nas Figuras 29 a 31 apresentam-se os resultados das forças de extração ao longo do tempo em *stock*, onde é possível verificar que existe variação das forças de extração para todos os ensaios e, num mesmo ensaio. Os valores médios das forças de extração (ver Tabelas D.1 a D.5, do Anexo D) encontram-se entre 15 a 45 daN, ou seja, conforme a especificação. Após a análise da significância dos dados pode-se concluir que os valores de humidade final diferem significativamente da humidade inicial entre ensaios e em todos os períodos de monitorização analisados (exceto nos ensaios I e Y). Para os ensaios I e Y a humidade das rolhas em *stock* só apresentou diferenças significativas, em comparação com a humidade inicial, ao fim de três meses (ensaio I) e ao fim de seis meses (ensaio Y).

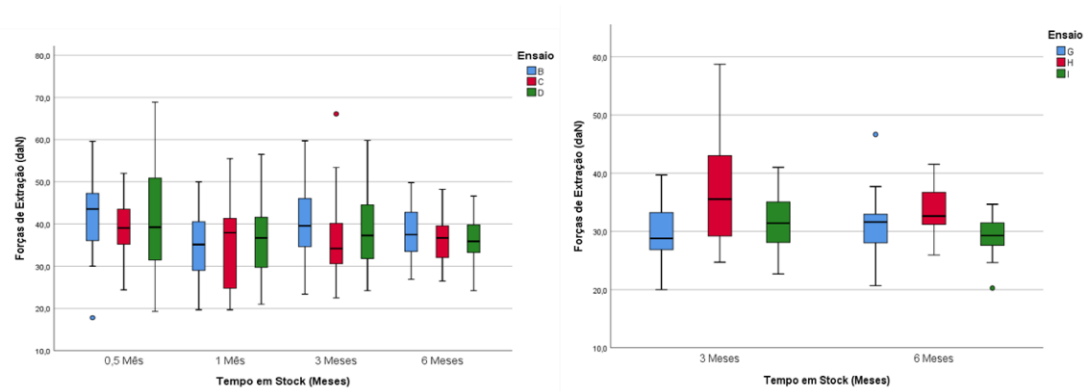


Figura 29 - Evolução da força de extração (daN) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios B, C e D (à esquerda) e nos ensaios G, H e I (à direita).

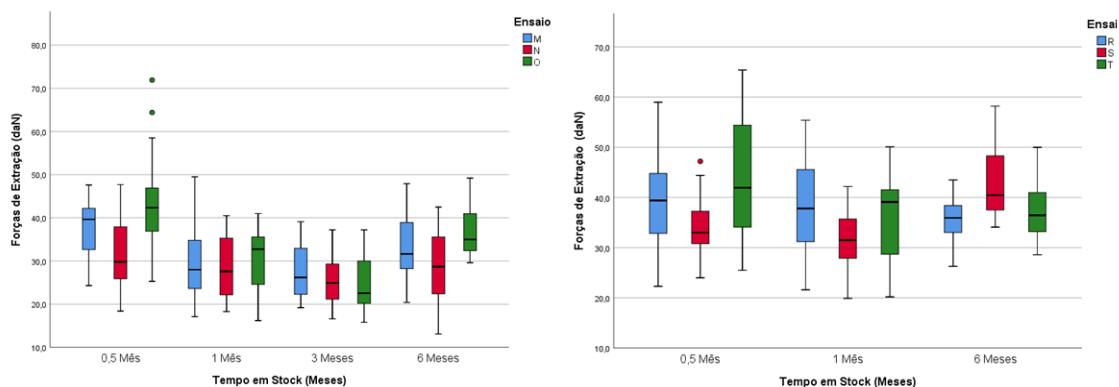


Figura 30 - Evolução das forças de extração (daN) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios M, N e O (à esquerda) e nos ensaios R, S e T (à direita).

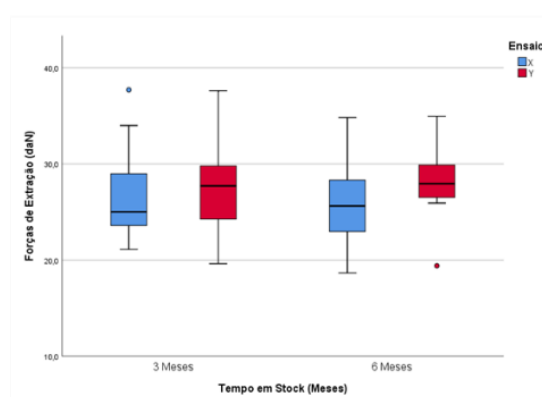


Figura 31 - Evolução das forças de extração (daN) em função do tempo em *stock* (meses) nos ensaios X e Y.

Analisou-se a existência de diferenças significativas para cada parâmetro físico-mecânico em estudo (humidade final, absorção e forças de extração) entre períodos de monitorização. Os resultados obtidos, apresentados nas Tabelas 5 a 9, permitem concluir que, de um modo geral, existem diferenças significativas ao longo de todos os períodos analisados e em todos os parâmetros. Na Tabela 9 verifica-se que, independentemente do número de passagens (uma ou duas) no processo *Naturity*[®], entre três e seis meses de permanência das rolhas em *stock* não existem diferenças significativas nas forças de extração embora existam diferenças significativas na humidade final e na absorção. É de referir que os resultados obtidos para o desempenho em garrafa ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio Y, podem ter sido influenciados pelas condições extremas de uma inundação.

Tabela 5 – Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em *stock* (S_i , onde $i=1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios B, C e D. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p>0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p<0,05$).

		$S_{1/2}$ vs S_1	$S_{1/2}$ vs S_3	$S_{1/2}$ vs S_6	S_1 vs S_3	S_1 vs S_6	S_3 vs S_6
Ensaio B	Hfinal (%)	0,110	<0,0001	0,403	<0,0001	1,000	<0,0001
	Abs (%)	0,400	0,108	<0,0001	<0,0001	0,106	<0,0001
	F_e (daN)	0,004	0,894	0,249	0,033	0,372	0,653
Ensaio C	Hfinal (%)	1,000	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,443
	Abs (%)	1,000	1,000	0,001	0,998	0,001	0,096
	F_e (daN)	0,842					
Ensaio D	Hfinal (%)	0,483	<0,0001	<0,0001	0,008	<0,0001	0,278
	Abs (%)	1,000	0,011	1,000	0,023	1,000	0,005
	F_e (daN)	0,39	0,848	0,318	0,791	1,000	0,725

Tabela 6 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em *stock* (S_i , onde $i=1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios G, H e I. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p>0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p<0,05$).

		S_3 vs S_6
Ensaio G	Hfinal (%)	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001
	F_e (daN)	0,296
Ensaio H	Hfinal (%)	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001
	F_e (daN)	0,140
Ensaio I	Hfinal (%)	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001
	F_e (daN)	0,198

Tabela 7 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em *stock* (S_i , onde $i=1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios M, N e O. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p>0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p<0,05$)..

		$S_{1/2}$ vs S_1	$S_{1/2}$ vs S_3	$S_{1/2}$ vs S_6	S_1 vs S_3	S_1 vs S_6	S_3 vs S_6
Ensaio M	Hfinal (%)	0,005	0,095	1,000	<0,0001	0,145	0,003
	Abs (%)	<0,0001	1,000	<0,0001	<0,0001	1,000	<0,0001
	F_e (daN)	0,004	<0,0001	0,118	0,670	0,571	0,078
Ensaio N	Hfinal (%)	0,107	0,013	1,000	<0,0001	0,661	0,001
	Abs (%)	<0,0001	1,000	<0,0001	<0,0001	1,000	0,004
	F_e (daN)	0,581	0,012	0,654	0,261	1,000	0,285
Ensaio O	Hfinal (%)	1,000	0,036	0,338	0,004	1,000	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001	1,000	<0,0001	<0,0001	1,000	<0,0001
	F_e (daN)	<0,0001	<0,0001	0,185	0,539	0,106	0,002

Tabela 8 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em *stock* (S_i , onde $i=1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios R, S e T. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p>0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p<0,05$).

		S1/2 vs S1		S1/2 vs S6		S1 vs S6	
Ensaio R	Hfinal (%)	0,395					
	Abs (%)	0,149					
	Fe (daN)	0,134					
Ensaio S	Hfinal (%)	1,000	0,472	0,883			
	Abs (%)	<0,0001	0,035	<0,0001			
	Fe (daN)	<0,0001	<0,0001	<0,0001			
Ensaio T	Hfinal (%)	0,116					
	Abs (%)	1,000	0,002	0,001			
	Fe (daN)	0,047	0,062	0,869			

Tabela 9 - Parâmetro estatístico “valor de p” para os resultados para a humidade final (H_{final} , %), absorção (Abs, %) e forças de extração (F_e , daN), ao longo do tempo em *stock* (S_i , onde $i=1/2, 1, 3$ e 6 meses), para os ensaios X e Y. Teste de Hipóteses: H_1 , Não há diferenças ($p>0,05$) e H_0 , Há diferenças ($p<0,05$).

		S3 vs S6	
Ensaio X	Hfinal (%)	<0,0001	
	Abs (%)	<0,0001	
	Fe (daN)	0,694	
Ensaio Y	Hfinal (%)	<0,0001	
	Abs (%)	0,005	
	Fe (daN)	0,555	

Em relação ao impacto das condições de extração da rolha, à temperatura ambiente ou sob frio, os resultados obtidos para os períodos de monitorização definidos encontram-se no Anexo D (ver Figuras D.1 a D.15 e Tabela D.11 a D.15). Pela análise destes resultados pode-se verificar que, de um modo geral, existem diferenças significativas em todos os parâmetros nos diferentes períodos em análise, ou seja, a temperatura a que ocorre a extração influencia o desempenho da rolha. Para averiguar o impacto da humidade no desempenho técnico das rolhas destes ensaios foi estudada a relação entre as diferentes variáveis (temperatura de extração, humidade final, absorção e forças de extração) – os resultados encontram-se nas Tabelas D.16 a D.29, no Anexo D. Os resultados permitem concluir que existe relação entre a humidade final e a absorção, em todos os ensaios nos períodos de monitorização definidos. Também é possível constatar que existe relação entre a humidade inicial e a humidade ao fim de seis meses em *stock*, em alguns ensaios (ensaios B, C, H, M, R e S) para os quais as rolhas foram submetidas ao processo *Naturity*[®] e para os ensaios I, O e T sem este processo.

Adicionalmente, analisaram-se as diferenças entre os parâmetros físico-mecânicos das rolhas obtidas com diferentes tratamentos, ao longo do tempo em *stock*. Para os ensaios B, C e D verifica-se que as forças de extração não diferem para os três tipos de tratamento, mas a humidade inicial, humidade final e a absorção diferem ao fim de seis meses em *stock* entre todos os ensaios (Tabela D.30 em Anexo D). Os ensaios G e I não diferem significativamente nos parâmetros físico-mecânicos, nos dois períodos de monitorização analisados, e apenas existem diferenças significativas na humidade final ao fim de seis meses em *stock* para os Ensaios H e I (Tabela D.31 em Anexo D). Com base nos resultados obtidos para os ensaios M, N e O (ver Tabela D.32 em Anexo D) pode-se afirmar que: entre ensaios, ao longo do tempo em *stock*, a humidade final e absorção não diferem significativamente; existem diferenças significativas na humidade inicial, em todos os períodos de monitorização, entre os ensaios M e N e os ensaios M e O; as forças de extração apresentam diferenças significativas entre ensaios ao fim de ½ mês em *stock*. Entre os ensaios R, S e T verifica-se que: a humidade inicial difere significativamente; a humidade final apresenta diferenças significativas no ensaio S e T ao longo do tempo em *stock* e ao fim de seis meses deixa de haver diferenças significativas entre os ensaios; ao fim de seis a absorção não difere significativamente entre ensaios; de um modo geral as forças de extração variam significativamente entre ensaios (Tabela D.33 em Anexo D). Por último, para os ensaios X e Y pode-se afirmar que existem diferenças significativas na humidade inicial, humidade final e absorção nos dois períodos de monitorização, enquanto as forças de extração não apresentam diferenças (Tabela D.34, em Anexo D).

Em suma, com o estudo do impacto do efeito do tempo no desempenho das rolhas *Naturity*[®] em *stock*, pode-se concluir que não há uma relação significativa entre a humidade inicial das rolhas e as variáveis do desempenho em garrafa (absorção e forças de extração). Para além de tudo isto pode-se afirmar que existe relação entre a humidade final e a absorção e, de um modo geral, entre as condições de extração e os três parâmetros físico-mecânicos em estudo (humidade final, absorção e forças de extração). Independentemente da humidade inicial das rolhas, ao fim de cada período definido em *stock* há um aumento do teor de humidade da rolha após engarrafamento, mas sem influenciar as suas propriedades. Resumindo, foi possível concluir que apesar do processo *Naturity*[®] reduzir o teor de humidade das rolhas, este parâmetro não apresenta um impacto significativo no desempenho em garrafa comparativamente às rolhas naturais não submetidas a este processo.

4.2. Impacto da humidade das rolhas nas suas propriedades físico mecânicas

Para avaliar o impacto do efeito do tempo em *stock* nas propriedades físico-mecânicas das rolhas *Naturity*[®] foi realizado um estudo com 23 ensaios, com diferentes classes, calibres e condições de tratamento. É de referir que neste trabalho serão analisados os resultados relativos a 11 desses ensaios, uma vez que apenas estes tinham concluídos os possíveis períodos de monitorização para a realização da análise.

Analisaram-se as propriedades das rolhas após terem sido submetidas a períodos prévios de *stockagem* de meio, um, três e seis meses. Cada lote de rolhas encontra-se dividido em três ensaios, onde os dois primeiros ensaios foram submetidos ao processo *Naturity*[®] em diferentes condições de operação, enquanto terceiro não foi submetido ao dito processo. Excetua-se um dos lotes que apenas foi dividido em dois ensaios, X e Y, ambos submetidos ao processo *Naturity*[®] às mesmas condições de operação, diferindo entre si no número de passagens no processo- uma ou duas para ensaios, X e Y, respetivamente. Neste estudo será detalhada a análise e discussão de três ensaios (M, N e O) e apresentadas as conclusões gerais para os 11 ensaios analisados. Os valores obtidos para todas as propriedades físico-mecânicas (humidade, forças de extração, momento, ângulo, forças de compressão/relaxação e recuperação diametral), após cada período de monitorização definidos, encontram-se representados na Figura 32 a 37 e nas Figuras E.1 e E.12 e Tabelas E.1 a E.4, em Anexo E.

Analisando os resultados das médias obtidas para as propriedades físico mecânicas, Tabelas E.1 e E.4 em Anexo E, pode-se concluir que todos os resultados se encontram dentro das especificações definidas, exceto o ensaio O (rolhas sem processo *Naturity*[®]) ao fim de seis meses em *stock* apresenta forças de extração inferiores a 15 daN (com uma média e desvio padrão de $9,5 \pm 3,4$ daN). Na Tabela 10 encontra-se representadas as especificações referentes aos testes de controlo realizados para as propriedades físico-mecânicas em análise.

Tabela 10 – Especificações dos testes de controlo das propriedades físico-mecânicas.

Teste	Parâmetro	Limite de Aplicabilidade
Humidade	Humidade (H)	4 a 8 %
Forças de Extração	Forças de Extração (Fe)	15 a 45 daN
Torção	Momento	>20 daN cm
	Ângulo	>25 °
Compressão/Relaxação	Forças de Compressão (Fc)	65 a 95 daN
	Forças de Relaxação (Fr)	5 a 15 daN
	Recuperação Diametral (RD _{comp/relax})	>90 %
Recuperação Diametral	RD _{instantâneo}	>90 %
	RD _{5min}	>90 %
	RD _{1h}	>90 %
	RD _{24h}	>90 %

Os valores de humidade (Figura 32) aumentam ao longo do tempo em *stock* e apresentam variação entre os três ensaios realizados (ensaios M, N e O). É possível verificar que o ensaio O é o que apresenta valores de humidade superiores e onde se verifica um aumento mais acentuado da humidade ao longo do tempo. Através da análise dos resultados da Figura 32 constata-se que, de um modo geral, as forças de extração variam ao longo dos períodos de monitorização e apresentam uma maior dispersão de resultados ao fim de um mês em *stock*, principalmente no Ensaio O.

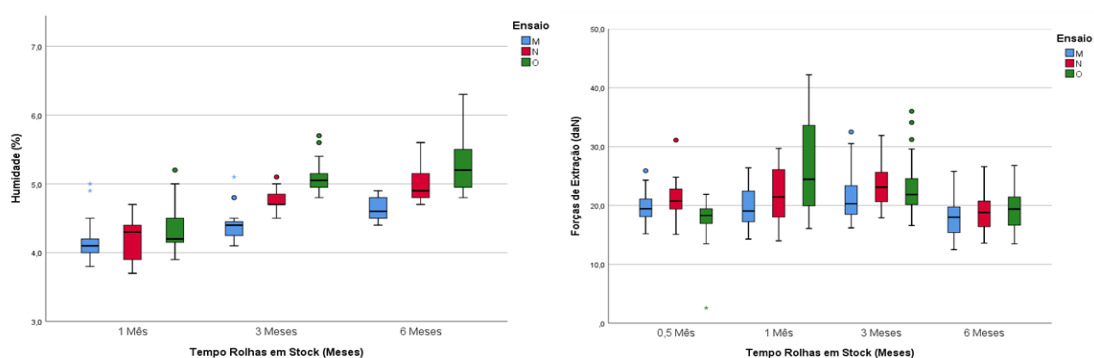


Figura 32 - Evolução da humidade (%) (à esquerda) e das forças de extração (daN) (à direita) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

Analisando os parâmetros do ensaio de torção (momento e ângulo), Figura 33, verifica-se que existe variação dos resultados entre ensaios e que após três em *stock* os resultados do momento e do ângulo não diferem nem dos resultados iniciais nem ao fim de um mês em *stock*.

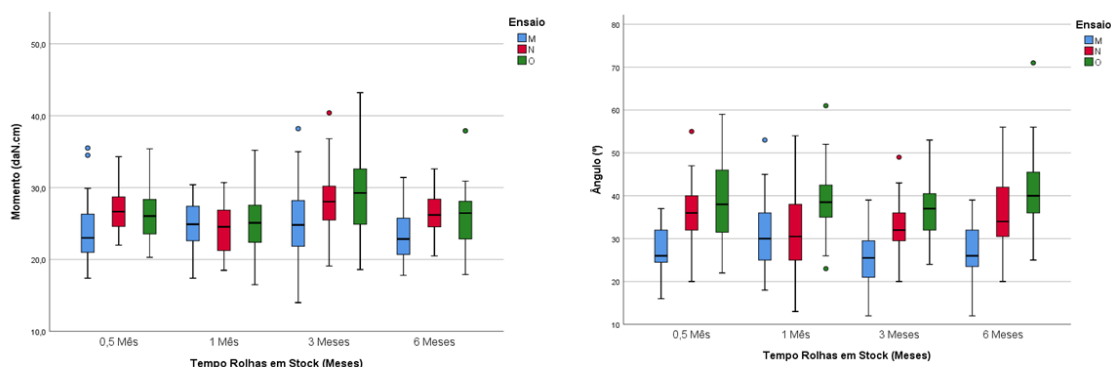


Figura 33 - Evolução do momento (daN cm) (à esquerda) e do ângulo (°) (à direita) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

Relativamente aos resultados obtidos para as forças de compressão e relaxação (Figura 34) existe variação ao longo dos períodos de tempo, contudo os ensaios M e N não aparentam apresentar diferenças entre três e seis meses após permanecerem em *stock* no laboratório.

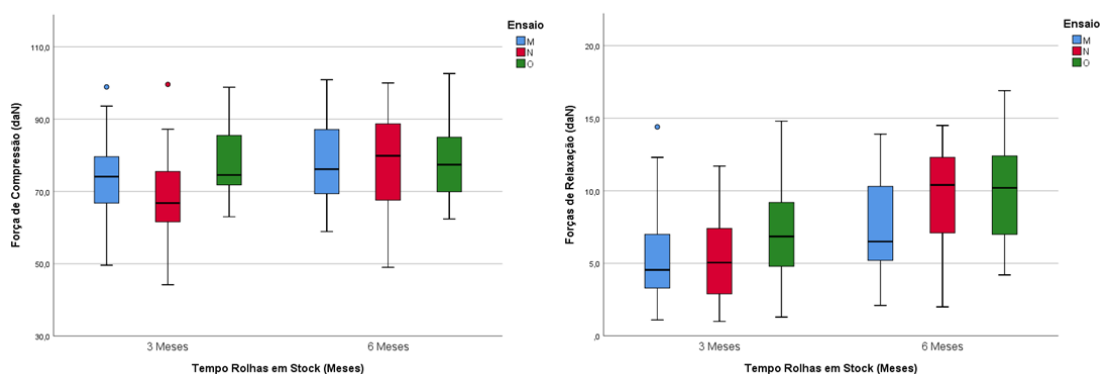


Figura 34 - Evolução da força de compressão (daN) (à esquerda) e da força de relaxação (daN) (à direita) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

Nas Figuras 35 a 37, encontram-se os resultados obtidos para os dois tipos de ensaios realizados para determinar a recuperação diametral. Analisando a Figura 35, que apresenta os resultados da recuperação diametral das forças de compressão/relaxação verifica-se que existe um ligeiro aumento da percentagem de recuperação para as rolhas ao fim de seis meses em *stock*. Comparando os resultados da Figura 35 com os das Figuras 36 a 37 constata-se que os valores da recuperação das forças de compressão/relaxação dos ensaios M, N e O são inferiores à recuperação diametral instantânea, após cinco minutos, uma hora e vinte e quatro horas destes ensaios. Na recuperação diametral instantânea, após cinco minutos, uma hora e vinte e quatro horas, é possível observar que a recuperação aumenta ao longo do tempo e existe uma maior recuperação nas rolhas do ensaio O, isto é, das rolhas não submetidas ao processo *Naturity*[®].

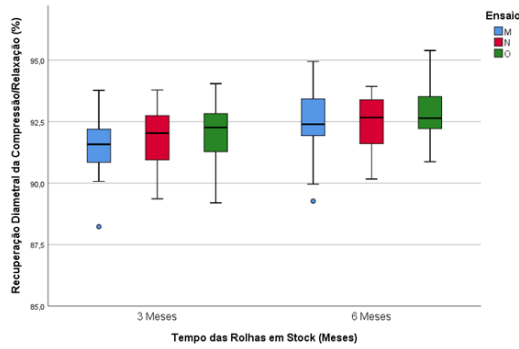


Figura 35 - Evolução da recuperação diametral da compressão/relaxação (%) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

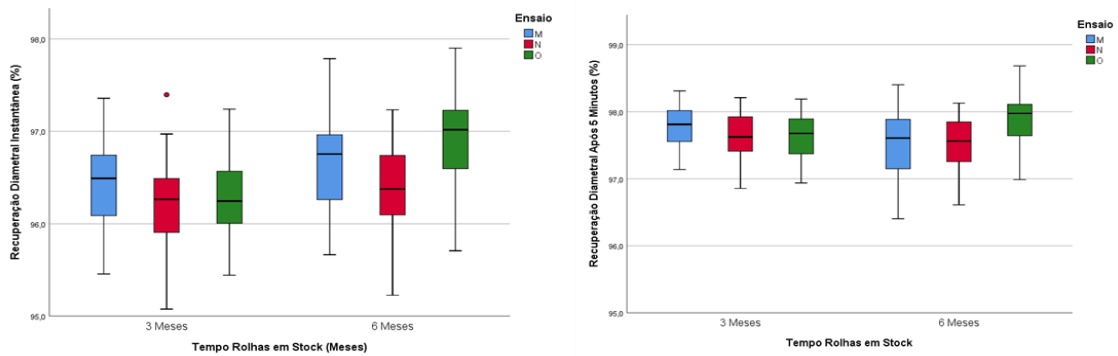


Figura 36 - Evolução da recuperação diametral instantânea (%) (à esquerda) e após 5 minutos (%) (à direita) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

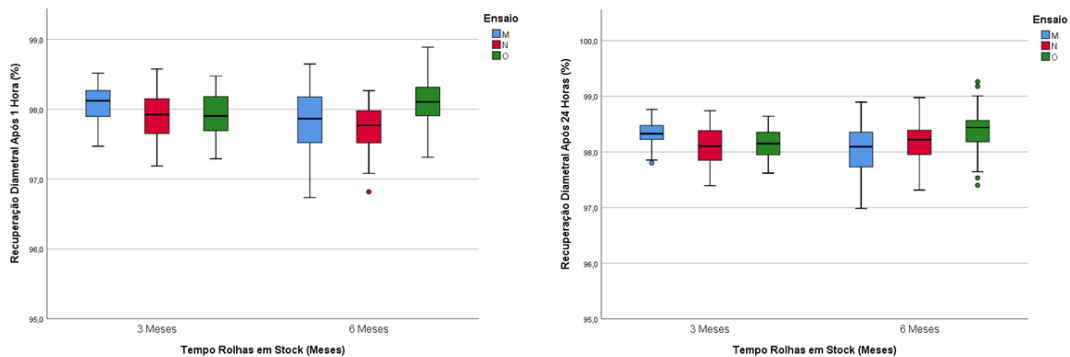


Figura 37 - Evolução da recuperação diametral após 1 h (%) (à esquerda) e após 24 h (%) (à direita) em função do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

Com este estudo foi possível analisar quatro aspectos diferentes: a evolução da humidade das rolhas ao longo do tempo em *stock*; a existência de diferenças significativas para as propriedades físico-mecânicas em estudo ao longo do tempo em *stock*; a relação entre as diferentes propriedades; a influência dos tratamentos aplicados às rolhas nas suas diferentes propriedades, entre ensaios e ao longo do tempo.

Em suma, analisando estes três ensaios, ensaio M, N e O, verifica-se que a humidade varia significativamente após três meses em *stock* no ensaio M e os ensaios N e O ao fim de três meses (os resultados obtidos para os outros ensaios encontram-se nas Tabelas E.5 e E.9, em Anexo E).

Relativamente às forças de extração existe uma variação significativa após três meses nos ensaios M e N, enquanto no ensaio O existe ao fim de um mês em *stock*. Com estes resultados podemos verificar que as rolhas que não são submetidas ao processo *Naturity*[®] apresentam diferenças significativas mais cedo, ou seja, as rolhas *Naturity*[®] tem uma performance idêntica permanecendo mais tempo em *stock* (resultados obtidos de todos os ensaios encontram-se nas Tabelas E.5 a E.9, em Anexo E).

Analisando os resultados do momento e ângulo constata-se que existe uma semelhança com os resultados da humidade, isto é, em relação ao momento não existem diferenças significativas no ensaio M, contudo nos ensaios N e O existe ao fim de três meses em *stock*. Por outro lado, em relação aos resultados do ângulo apenas existe uma variação significativa no ensaio M (resultados obtidos de todos os ensaios encontram-se nas Tabelas E.5 a E.9, em Anexo E).

Por último, as forças de relaxação, a recuperação diametral da compressão/relaxação e a recuperação diametral após 1 h variam significativamente entre os três e seis meses em *stock*, por outro lado as forças de compressão só difere significativamente no ensaio N, a recuperação diametral instantânea no ensaio O e as recuperações diametrais após 5 min e 24 h nos ensaios M e O (resultados obtidos de todos os ensaios encontram-se nas Tabelas E.5 a E.9, em Anexo E).

De forma a averiguar o impacto da humidade nas propriedades físico-mecânicas foi estudada a relação entre as diferentes variáveis (os resultados encontram-se nas Tabelas E.10 a E.46, no Anexo E). Nos ensaios M, N e O não se verifica uma relação significativa entre as variáveis ao fim de meio mês e de um mês em *stock*. Ao fim de três meses em *stock*, em todos os ensaios verifica-se uma correlação significativa entre a recuperação diametral em todos os períodos de monitorização especificados. Além disso, no ensaio M verifica-se também uma relação entre a humidade inicial e a força de relaxação e nos ensaios N e O verifica-se uma relação entre as forças de relaxação e a recuperação diametral da compressão/relaxação. Após seis meses em *stock* todos os ensaios apresentam relações significativas diferentes, exceto na recuperação diametral (resultados obtidos de todos os ensaios encontram-se nas Tabelas E.5 a E.9, em Anexo E).

Assim, de um modo geral, todas as propriedades físico-mecânicas variam significativamente ao longo do tempo em *stock*, mas a variação da humidade inicial não gera um impacto significativo nas propriedades em estudo. Contudo, existe uma relação significativa ao fim de seis meses em *stock* entre os parâmetros da torção (momento e ângulo) nos ensaios das rolhas que foram submetidos ao processo *Naturity*[®] e entre os diferentes tempos analisados na recuperação diametral.

Através da análise dos diferentes tratamentos pode-se concluir que existem diferenças significativas ($p < 0,05$) no ângulo ao longo dos períodos de monitorização e entre os ensaios com e sem o tratamento *Naturity*[®] (resultados obtidos de todos os ensaios encontram-se nas Tabelas E.47 a E.50, em Anexo E). Também é possível constatar que o ângulo apresenta médias superiores em todos os tempos em *stock* nas rolhas não submetidas ao processo *Naturity*[®]. Comprova-se assim que as rolhas sujeitas a este tratamento (que provoca uma redução da humidade das rolhas) possuem um ângulo inferior o que levou de certa forma a haver uma preocupação relativamente ao seu impacto nas quebras da extração manual. Contudo, ainda não está comprovado que esta redução provoca um aumento das quebras.

5. Conclusões

O trabalho de dissertação desenvolvido no âmbito de um estágio realizado na Amorim Cork teve como objetivo principal relacionar o teor da humidade das rolhas *Naturity*[®] com o seu desempenho técnico. Para tal, avaliou-se o impacto do “tempo em garrafa” bem como o “tempo em *stock*” no desempenho da rolha em garrafa e, também, do “tempo em *stock*” nas propriedades físico-mecânicas das rolhas *Naturity*[®].

Com a análise do desempenho em garrafa foi possível constatar que não há uma correlação significativa entre a humidade inicial da rolha e as variáveis de desempenho em garrafa analisadas (humidade final, absorção e forças de extração). Conclui-se assim que, independentemente da sua humidade inicial, as rolhas uma vez inseridas no gargalo da garrafa sofrem um aumento no seu teor de humidade (devido ao contacto com o vinho) porém as suas propriedades não são comprometidas. Através do estudo do efeito do tempo em *stock* nas propriedades físico-mecânicas da rolha foi possível concluir que a variação da humidade inicial não apresenta um impacto significativo nas mesmas. Contudo, existe uma relação significativa, ao fim de seis meses em *stock*, entre os parâmetros da torção (momento e ângulo) para as rolhas submetidas ao processo *Naturity*[®]. Para as rolhas com ou sem processo *Naturity*[®] verifica-se, de um modo geral, que ao longo do tempo em *stock* com o aumento da humidade existe um aumento da recuperação diametral e posteriormente uma diminuição das forças de extração. Para além disso, verifica-se apenas a existência de diferenças significativas nos valores de humidade e do ângulo, sendo estes valores superiores nas rolhas não submetidas ao processo *Naturity*[®].

Em suma, apesar do processo *Naturity*[®] provocar uma redução no teor de humidade das rolhas, neste estudo concluiu-se que não há uma correlação significativa entre a humidade inicial das rolhas e as variáveis características do desempenho em garrafa e as propriedades físico-mecânicas das rolhas. Pode-se assim afirmar que o processo *Naturity*[®], embora demorado e com um custo adicional, permite obter rolhas isentas de TCA com um teor de humidade no intervalo 4 a 8 % caso haja um controlo das condições ambientais envolventes ao longo do processo produtivo. Estas rolhas para além de apresentarem uma excelente performance sensorial apresentarão também propriedades vedantes pelo menos idênticas às das rolhas naturais padrão.

5.1. Outros Trabalhos Realizados

Ao longo do estágio de dissertação também foi possível realizar outros projetos referentes ao efeito das condições ambientais e diferentes etapas do processo na humidade das rolhas *Naturity*[®] e aos resultados obtidos através de diferentes técnicas de preparação de amostras para o ensaio de torção. Por não constituírem o foco da dissertação apresenta-se aqui apenas um breve sumário e principais conclusões.

Para analisar o efeito das condições ambientais e diferentes etapas do processo realizaram-se os seguintes estudos: estudo da variação da humidade em diversas embalagens ao longo do tempo; estudo das rolhas de Norte de África; estudo da humedificação da Amorim Distribuição; estudo da influência dos parâmetros da torção na extração manual.

Com o estudo da variação da humidade em diversas embalagens ao longo do tempo (Anexo F) foi possível analisar três tipos de embalagem (ráfia, ráfia+plástico e plástico), durante seis meses em *stock* e permitiu concluir que a embalagem que conserva mais humidade nas rolhas ao longo do tempo é a de plástico, sendo o plástico menos permeável que a ráfia leva a que as rolhas percam menos humidade em função das condições ambientais.

O estudo das rolhas de Norte de África consistiu na análise de rolhas naturais de 62 artigos de diferentes contentores (antes e após descontaminação) provenientes da Amorim Florestal. Com a realização de ensaios de torção, banho de humedificação, teor de humidade e extração manual a estes artigos foi possível concluir que o processo de descontaminação não apresenta impacto na humidade das rolhas e que com o aumento do teor de humidade da rolha existe um aumento do ângulo e diminuição do momento.

A análise da humedificação da Amorim Distribuição consistiu em estudar o efeito da operação humedificação realizada nesta Unidade Industrial de modo a verificar se existe diferenças na humidade superficial e na humidade interna das rolhas que passam neste processo. Através da análise de 33 amostras diferentes foi possível concluir que existe diferenças e relações significativas na humidade superficial e interna da rolha e que algumas amostras apresentam relação do momento e ângulo com a humidade superficial e interna, contudo para se poder afirmar que existe relação entre estes parâmetros da torção e as humidades seria necessário analisar mais amostras.

Por último, no estudo da influência dos parâmetros da torção na extração manual das rolhas naturais foi possível analisar 3452 rolhas naturais, onde se obteve um total de 2,0 % de quebras, das quais 2,3 % destas quebras foram rolhas em que os valores do momento e pelo ângulo foram rejeitados por se encontrarem fora dos limites de aplicabilidade, 2,0 % apenas pelos valores do ângulo e 1,4 % apenas pelos valores do momento. Destas rolhas 1924 são rolhas *Naturity*[®] onde

se obteve 1,6 % de quebras, das quais 1,9 % destas quebras foram rolhas em que os valores do momento e pelo ângulo foram rejeitados por se encontrarem fora dos limites de aplicabilidade, 1,7 % pelos valores do ângulo e 0 % pelos valores do momento. Enquanto que 1526 rolhas são naturais padrão com 2,6 % de quebras, das quais 3,0 % destas quebras foram rolhas em que os valores do ângulo foram rejeitados por se encontrarem fora dos limites de aplicabilidade, 2,8 % pelos valores do momento e do ângulo e 2,1 % apenas pelos valores do momento.

No estudo de diferentes técnicas de preparação de amostra para o ensaio de torção realizou-se a análise de 30 amostras diferentes onde foi possível comparar duas técnicas de dois modos de humedificação das rolhas, Super Rosa® e Banho de Humedificação, concluindo que o método mais expedito é o Super Rosa® e apresenta relação significativa entre a humidade interna e o momento. Também foi possível comparar a torção em dois laboratórios diferentes, onde se concluiu que não existe diferenças significativas na humidade interna da rolha e no momento, mas apresenta no ângulo.

5.2. Perspetivas de Trabalhos Futuros

Como perspectivas de trabalho futuro seria importante: terminar a monitorização dos 13 lotes *Naturity*® no desempenho em garrafa de modo a analisar o efeito do tempo em garrafa nas diferentes variáveis em diferentes lotes de rolhas, condições de engarrafamento e diferentes tipos de vinho e garrafas; estudar o efeito da variação da humidade em diversas embalagens ao longo de doze meses, de forma a avaliar o impacto das condições ambientais ao longo de todo o ano; estudar a variação da humidade superficial e interna da rolha e qual a sua relação com os parâmetros da torção, com este estudo seria possível verificar se os tratamentos conseguem humedificar de igual modo tanto a superfície como o interior da rolha, se existe relação entre elas e que impacto esta igualdade ou diferença teria nos parâmetros da torção que demonstram serem importantes durante a extração da rolha do gargalo da garrafa.

Com o decorrer do estágio surgiram outras dúvidas e como ainda não foram analisadas seria importante também estudar o efeito da retificação nas rolhas *Naturity*®, isto porque durante a realização de um estudo durante o estágio, para perceber se a retificação das rolhas teria impacto nas suas propriedades físico-mecânicas, verificou-se o contrário do que seria expectável, isto é, as rolhas de maior diâmetro têm visivelmente uma maior destruição de células em comparação com as de diâmetro inferior, uma vez que apresentam uma maior compressão durante o engarrafamento. Assim, será com a realização da retificação verifica-se realmente a uma menor destruição das células levando a uma melhor recuperação ou não.

Bibliografia

- [1] Pereira H.- Cork: Biology, Production and Uses. Lisboa, Portugal: ELSEVIER, 2007.
- [2] Rosa M., Fortes M.- Water absorption by cork. Wood and Fiber Science, Vol. 25, nº 4, 1993, p. 339–348.
- [3] Fortes, M.A., Rosa, M.E., Pereira, H.- A Cortiça. Lisboa, Portugal: IST Press, 2004.
- [4] Gonzalez Adrados J., Calvo Haro R.- Variación de la humedad de equilibrio del corcho en plancha con la humedad relativa. Modelos de regresión no lineal para las isothermas de adsorción. Investig. Investigación agraria. Sistemas y recursos forestales. Vol. 3, nº 2, 1994, p. 199–209, doi: 10.5424/531.
- [5] AMORIM CORK- Universo Amorim - Amorim Cork. [Em linha]. 2021. [Consultado em 02/06/2021]. Disponível em: <<https://www.amorimcork.com/pt/>>.
- [6] Grupo Américo Amorim-Grupo Américo Amorim, Mais de 140 anos de história. [Em linha]. 2011. [Consultado em 13/10/2021]. Disponível em: <<http://www.grupoamericoamorim.com/grupo-americo-amorim/historia/>>.
- [7] Corticeira Amorim- Relatório Anual Consolidado 2019. [Em linha]. 2020, p. 1–286. [Consultado em 13/10/2021]. Disponível em: <<https://www.amorim.com/investidores/relatorio-e-contas/>>.
- [8] Corticeira Amorim- Relatório de Sustentabilidade 2020. [Em linha]. 2021, p. 1-195. [Consultado em 02/06/2021]. Disponível em: <https://www.amorim.com/xms/files/Sustentabilidade/Relatorio_de_Sustentabilidade_-_PT.pdf>.
- [9] APCOR- APCOR-Associação Portuguesa de Cortiça. [Em linha]. 2018. [Consultado em 02/06/2021]. Disponível em: <<https://www.apcor.pt/>>.
- [10] Summary of AWRI closure trials and other investigations into closure performance. Technical Review. Nº248, Outubro, 2020, p. 1–12.
- [11] Sefton, Mark A., Simpson, Robert F.-Compounds causing cork taint and the factors affecting their transfer from natural cork closures to wine - A review. Australian Journal of Grape and Wine Research. Vol. 11, nº2, 2005, p. 226–240, doi: 10.1111/j.1755-0238.2005.tb00290.x.
- [12] Gil, L.- A Cortiça-Capítulo 13. Ciência e Engenharia de Materiais de Construção. 2012, p. 663–715.
- [13] Gil, L.-A cortiça como material de construção-Material Técnico. APCOR-Associação Portuguesa de Cortiça.

- [14] Silva, S. P., Sabino, M. A., Fernandes, E. M., Correlo, V.M., Boesel, L.F., Reis, R. L.-Cork: Properties, capabilities and applications. International Materials Review. Vol. 50, nº 6, , 2005, p. 345–365, doi: 10.1179/174328005X41168.
- [15] Crouvisier-Urien, K., Chanut, J., Lagorce, A., Winckler, P., Wang, Z., Verboven, P., Nicolai, B., Lherminier, J., Ferret, E., D. Gougeon, R., Bellat, J. P., Karbowiak, T. -Four hundred years of cork imaging: New advances in the characterization of the cork structure. Scientific Reports. Vol. 9, nº 1, 2019, p. 1–10, doi: 10.1038/s41598-019-55193-9.
- [16] Branco, D. G., Campos, J. R., Cabrita, L, Evtuguin, D. V.-Structural features of macromolecular components of cork from *Quercus suber* L. Holzforschung. Vol. 74, nº. 6, 2020, p. 625–633, doi: 10.1515/hf-2019-0271.
- [17] UNAC - União Floresta Mediterrânica. Guia de Comercialização de Cortiça no Campo. [Em linha]. 2013, p. 33. [Consultado em 17/06/2021]. Disponível em: <www.unac.pt>.
- [18] Ofélia, A., Pereira, H., Rosa, M. E.-Effect of quality, porosity and density on the compression properties of cork. Holz Roh Werkst. Vol. 66, nº 4, 2008, p. 295–301, doi: 10.1007/s00107-008-0248-2.
- [19] Riboulet, J. M., Alegoet, Y. C.-Aspectos Practicos Del Taponado De Los Vinos. Bourgogne-Publications. Collection Avenir OEnologie. p.290.
- [20] CELIEGE, European Cork Confederation- Código Internacional das Práticas Rolheiras-CIPR. 2020, p. 1–71.
- [21] APCOR- Cork Information Bureau | 2019- Rolhas de Cortiça. 2019.
- [22] Chanut, J., Bellat, J. P., Gougeon, R. D., Karbowiak, T.-Controlled diffusion by thin layer coating: The intricate case of the glass-stopper interface. Food Control. Vol. 120, nº Abril 2020, doi: 10.1016/j.foodcont.2020.107446.
- [23] Gervais, J.P., Labadie, D., Riboulet, J. M.-Le Bouchon: Choix et contrôle. Bourdeaux (France): Vigne et Vin Publications Internationales, 2002.
- [24] CE.T.I.E.-The Pratical Guidelines for Bottling-Practical Guideline nº1. 2008.
- [25] APCOR- Manual técnico - Rolhas. Amorim Cork. [Em linha]. 2011, p. 56. [Consultado em 18/06/2021]. Disponível em: <http://www.amorim.com/xms/files/Documentacao/Manual_Rolhas_PT.pdf>.
- [26] Bottling Handbook for Proper Closures. Cork Quality Council. [Em linha]. nº Janeiro 2020, p. 1-4. [Consultado em 10/05/2021]. Disponível em: <https://www.corkqc.com/pages/bottling-handbook>.
- [27] Afonso, J.-Entender de Vinho- Guia Prático para se tornar um Verdadeiro Especialista. 6ª Ed. A esfera dos livros, 2010.

- [28] González-Hernández, F., González-Adrados, J.R., García de Ceca, J. L., Sánchez-González, M.- Quality grading of cork stoppers based on porosity , density and elasticity. Eur. J. Wood Prod. 2014, p. 149–156, doi: 10.1007/s00107-013-0760-x.
- [29] Correia, J.- Avaliação da higroscopicidade de materiais correntes. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil-Perfil Construção, Universidade Nova de Lisboa, 2013.
- [30] Giunchi, A., Versari, A., Parpinello, G. P., Galassi, S.-Analysis of mechanical properties of cork stoppers and synthetic closures used for wine bottling. Journal of Food Engineering. Vol. 88, 2008, nº 4, p. 576–580, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.03.004.
- [31] Lagorce-Tachon, A., Karbowiak, T., Champion, D., Gougeon, R. D., Bellat, J. P.- Mechanical properties of cork: Effect of hydration. Materials and Design. Vol. 82, 2015, p. 148–154, doi: 10.1016/j.matdes.2015.05.034.
- [32] Oliveira, V., Rosa, M. E., Pereira, H.- Variability of the compression properties of cork. Wood Sci. Technol. Vol. 48, nº 5, 2014, p. 937–948, doi: 10.1007/s00226-014-0651-2.
- [33] Lagorce-Tachon, A., Karbowiak, T., Champion, D., Gougeon, R. D., Bellat, J. P.- How does hydration affect the mechanical properties of wine stoppers? J. Mater. Sci. Vol. 51, nº 9, 2016, p. 4227–4237, doi: 10.1007/s10853-015-9669-6.
- [34] EGITRON- Ficha Técnica MedCork. [Em linha]. 2021. [Consultado em 15/06/2021]. Disponível em: <https://www.egitron.pt/client/files/0000000001/1754/MedCork_fichatecnica_v2.0.0.pdf>.
- [35] Barbosa, G. A.-Estudo da relação da recuperação e da relaxação nas forças de extração de rolhas de cortiça. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, Universidade de Aveiro, 2020.
- [36] Murteira, J.V.- Impacto do processo da erradicação de TCA nas propriedades das rolhas de cortiça. Dissertação de Mestrado, Universidade de Aveiro, 2020.
- [37] Marôco, J.- Análise Estatística Com o PASW Statistics (ex-SPSS). 1ª Ed. Pêro Pinheiro: Report Number-Análise de Gestão de Informação, LDA., 2010.
- [38] Fernández-Golfín, J., Conde García, M., González Hernández, F., Conde García, M., Fernández Golfín, J. J., Baonza Merino, M. V., García Esteban, L., González Adrados, J. R.- The influence of the moisture content on the electrical resistance of two types of cork stoppers. Forest Systems. Vol. 19, nº 2, 2010, p. 184–188, doi: 10.5424/fs/2010192-01313.

Anexos

Anexo A: Tipos de Rolhas

Os tipos de rolhas, as suas características e respetivas aplicações produzidas na Amorim Cork encontram-se representadas na Tabela A.1.

Tabela A. 1 - Tipos de Rolhas produzidos na Amorim Cork [5].

Tipo de Rolha	Característica	Aplicação
Naturity® 	Rolha natural sujeita a um processo de eliminação de TCA e de outros compostos responsáveis por desvios sensoriais.	Vedante para vinhos <i>premium</i> , que podem envelhecer em garrafa.
Natural 	Rolha tradicional extraída de um traço de cortiça 100% natural.	Recomendada para vinhos <i>premium/ Icon</i> , reserva e que necessitem de um elevado tempo de estágio. Aplicável em todos o tipo de vinhos.
Acquamark® 	Rolha natural revestida com uma solução de base aquosa. Reciclável e ecológica.	Capacidade de vedação e preservação de vinhos.
Rolha Aglomerada 	Rolha constituída por granulado de cortiça	Recomendada para vinhos de consumo rápido (seis meses seguintes ao engarrafamento) e com elevada relação preço/desempenho
Neutrocork® 	Rolha técnica com um corpo de cortiça microgranulado de tamanho uniforme, compactadas em moldes individuais	Recomendado para todos os vinhos tranquilos de gama média.

<p>Helix®</p> 	<p>Combinação entre uma rolha de cortiça com um design ergonómico e uma garrafa de vidro.</p>	<p>Permite abrir a garrafa sem saca-rolhas e com posterior reutilização da rolha. Recomendado para vinhos tranquilos e de consumo até dois/três anos.</p>
<p>Neutrocork® <i>Premium</i></p> 	<p>Rolha técnica de cortiça microaglomerada que integra a Tecnologia Xpür.</p>	<p>Recomendado para todos os vinhos tranquilos de gama média.</p>
<p>Qork®</p> 	<p>Rolha técnica de cortiça microaglomerada que integra a Tecnologia Xpür. Tem cerca de 80% de grânulos de cortiça natural aglomerados com cola Bio.</p>	<p>Recomendado para todos os vinhos tranquilos de gama média.</p>
<p>Personalizada</p> 	<p>Peça desenvolvida a partir de cortiça 100% natural recorrendo à tecnologia.</p>	<p>Utilizadas em todo o tipo e indústrias, como por exemplo: farmacêutica, química, cosmética, design...</p>
<p>Top Series®</p> 	<p>Rolha de cortiça natural, microgranulada e colmatada capsuladas, pertencentes à gama de luxo <i>Amorim Luxury Unit</i>.</p>	<p>Existem 4 categorias consoante a cápsula da rolha: <i>Prestige</i>: materiais inovadores e de luxo; <i>Elegance</i>: materiais de cerâmica, madeira, metal ou plástico metalizado; <i>Premium</i>: rolhas personalizadas com logótipos de relevos; <i>Classic Value</i>: rolhas de diferentes cores e formas.</p>

<p>Spark®</p> 	<p>Rolha técnica composta por um corpo granulado de cortiça e dois discos de cortiça natural no topo que está em contato com o vinho.</p>	<p>Recomendada para vedar os melhores vinhos efervescentes.</p>
<p>Twin Top®</p> 	<p>Rolha técnica com um corpo de aglomerado e um disco de cortiça natural em cada um dos topos.</p>	<p>Recomendado para vinhos frutados e para vinhos que não necessitem de longos estágios em garrafa</p>
<p>Twin Top Evo®</p> 	<p>Rolha técnica com um corpo de cortiça microgranulada e discos de cortiça natural de alta qualidade em ambos os topos.</p>	<p>Recomendado para vinhos frutados e para vinhos que não necessitem de longos estágios em garrafa.</p>
<p>Advantec®</p> 	<p>Rolha técnica, aglomerada e revestida. Integra todas as medidas preventivas e corretivas de combate ao TCA, incluindo o Sistema Rosa®.</p>	<p>Recomendada para vinhos de classe média/baixa, de grande rotação.</p>
<p>Advantec Colours®</p> 	<p>Rolha técnica que permite combinar a cor com o desempenho técnico e sensorial da cortiça. É submetida às medidas preventivas e corretivas de combate ao TCA.</p>	<p>Recomendada para bebidas de consumo rápido.</p>
<p>NDTech®</p> 	<p>Rolha de cortiça natural com garantia de TCA não detetável.</p>	<p>Recomendada para todo o tipo de vinhos tranquilos de gama <i>Premium/Icon</i>.</p>
<p>NDTech® Sparkling</p> 	<p>Rolhas com dois discos de cortiça natural para vinhos efervescentes que são analisadas na tecnologia de controlo de qualidade NDTech de modo a garantir que o TCA não seja detetável.</p>	<p>Recomendada para vinhos efervescentes.</p>

Anexo B: Fluxogramas para a Análise Estatística

Para a realização da análise estatística foi necessário validar todos os modelos estatísticos adequados e verificar os pressupostos corretos, para isso realizou-se fluxogramas (Figura B.1 a Figura B.3) com os testes correlação e de hipóteses paramétricos e não paramétricos utilizados para diferentes amostras, emparelhadas e independentes.

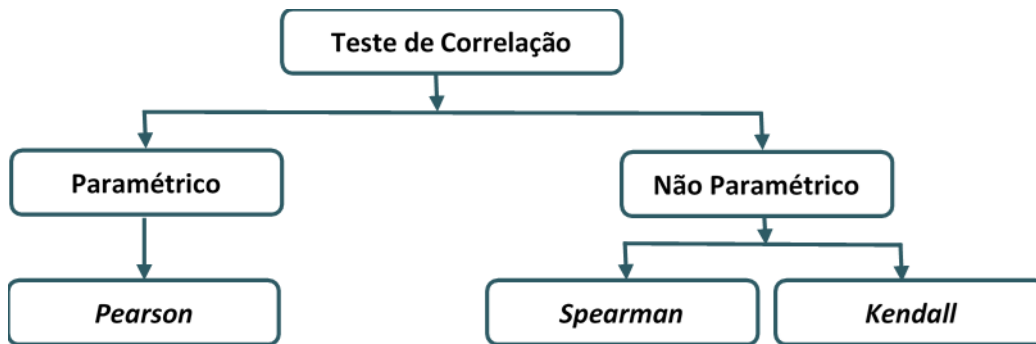


Figura B. 1 - Fluxograma para os Testes de Correlação [37].

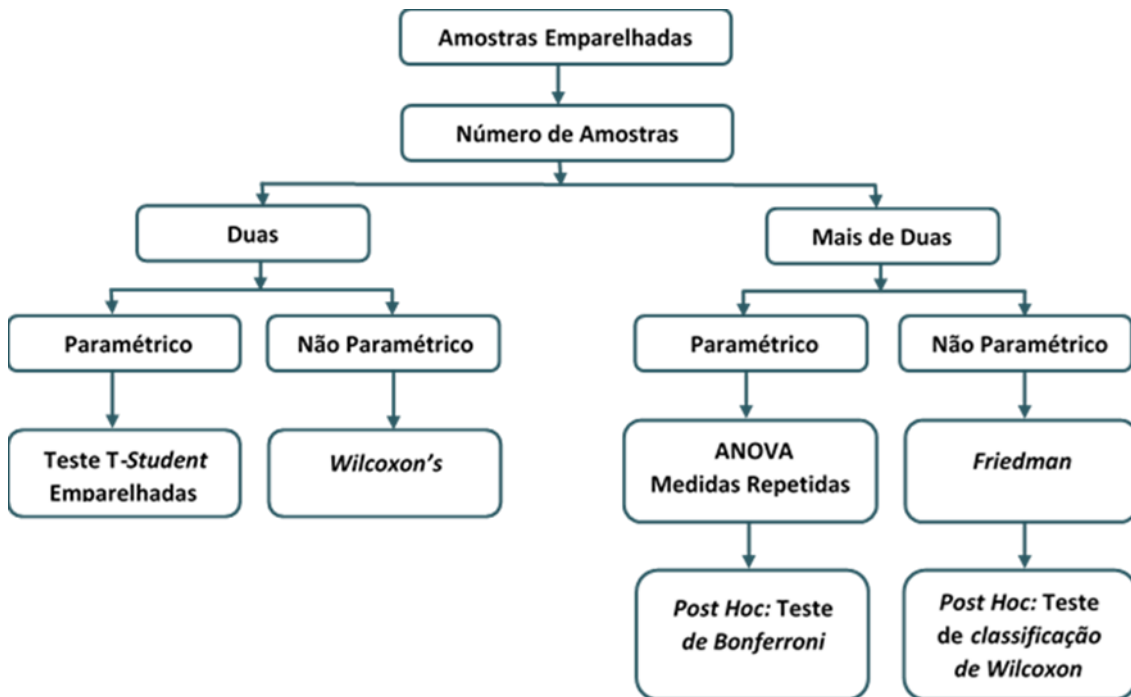


Figura B. 2 - Fluxograma para os Testes de Hipóteses para Amostras Emparelhadas [37].

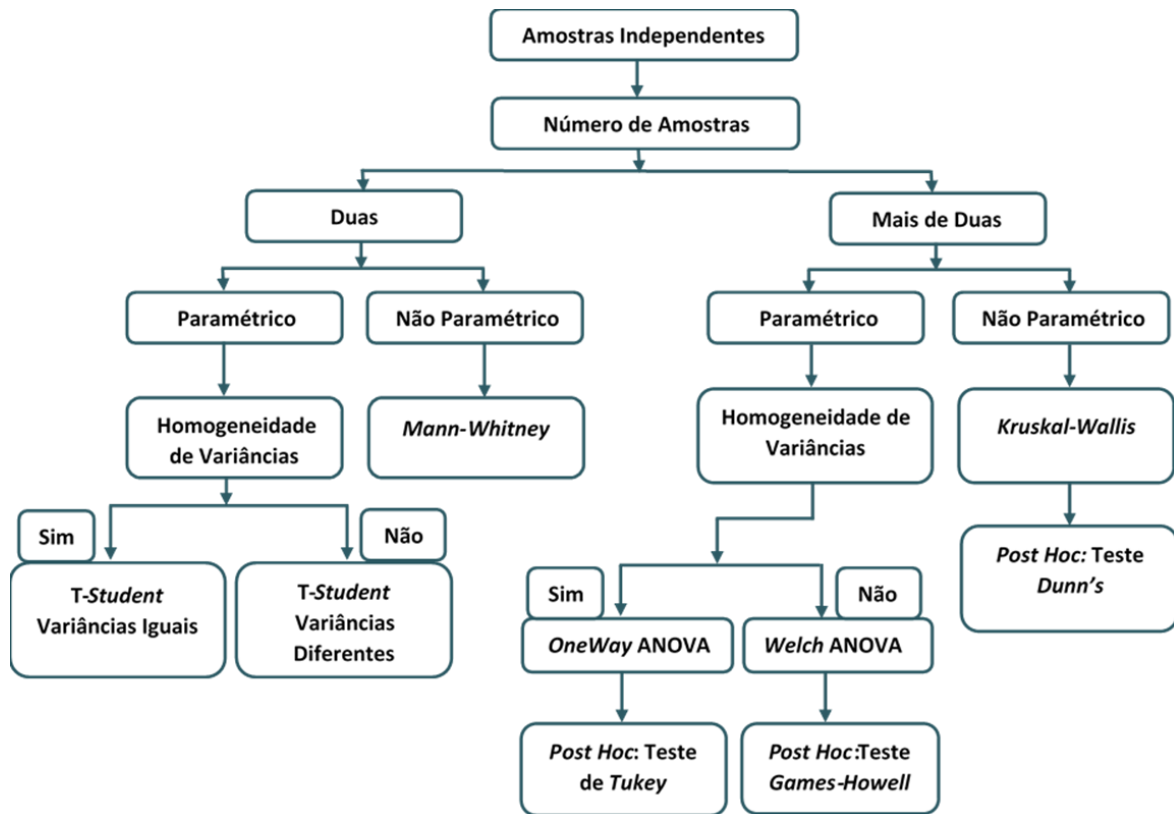


Figura B. 3 - Fluxograma para Testes de Hipóteses para Amostras Independentes [37].

Anexo C: Impacto da Humidade no seu desempenho em garrafa- Efeito do Tempo em Garrafa

Neste anexo encontram-se os resultados da média e desvio padrão da humidade inicial e final, absorção e forças de extração das rolhas extraídas nos diferentes ensaios e da avaliação da variação da humidade e a influência da humidade nos parâmetros físico-mecânicos estudados (humidade, forças de extração automática e absorção) ao longo do tempo em garrafa, para o estudo do impacto da humidade no seu desempenho em garrafa. Para além disso também se encontra os resultados referentes a existência de diferenças no parâmetros físico-mecânicos consoante duas condições de extração, ambiente e frio

Tabela C. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade inicial e final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios analisados.

Tempo em Garrafa	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
1 Mês	1	-	7,1±1,0	-	23,9±6,6
	2	3,7±0,3	6,6±0,5	6,1±3,7	44,0±12,3
	3.A	5,0±0,3	6,7±1,0	4,1±1,2	37,7±8,3
	3.B	5,7±0,3	6,2±0,8	3,8±0,8	28,1±5,4
	3.C	5,4±0,5	6,3±0,9	4,6±3,2	41,3±10,3
	4	-	-	-	-
	5	-	6,8±0,6	-	29,1±4,1
3 Meses	1	-	7,4±0,7	-	30,9±7,1
	2	3,7±0,2	8,3±0,9	8,2±1,7	51,1±8,1
	3.A	-	-	-	-
	3.B	-	-	-	-
	3.C	-	-	-	-
	4	2,5±0,6	5,6±1,0	6,8±1,2	30,7±4,5
	5	-	6,7±0,7	-	27,0±3,7
6 Meses	1	-	8,9±1,2	-	37,2±5,6
	2	3,9±0,7	8,1±0,7	10,3±1,8	45,5±7,0
	3.A	5,0±0,3	7,9±0,7	7,4±2,1	40,6±13,1
	3.B	5,7±0,3	8,1±0,7	8,1±2,8	34,9±8,3
	3.C	5,3±0,5	8,0±0,7	7,4±2,9	36,6±6,7
	4	2,3±0,8	6,0±0,9	7,4±1,8	42,9±8,9
	5	-	7,4±0,9	-	43,1±5,0
12 Meses	1	-	9,1±0,7	-	35,6±6,6
	2	-	-	-	-
	3.A	5,0±0,5	8,0±0,9	10,0±2,6	50,3±13,1
	3.B	5,7±0,3	8,2±0,7	8,5±1,6	46,6±5,5
	3.C	5,2±0,3	8,1±0,7	9,3±3,2	52,4±6,2
	4	2,4±0,6	6,8±1,0	7,2±1,7	45,6±7,8
	5	-	8,5±0,9	-	44,3±7,5

Tabela C. 2 - Evolução da humidade ao longo do tempo em garrafa, para os ensaios 2, 3.A, 3.B, 3.C, 4 e 5.

Ensaio	Tempo em Garrafa	Hinicial vs Hfinal
2	t1	<0,0001
	t3	<0,0001
	t6	<0,0001
3.A	t1	<0,0001
	t6	<0,0001
	t12	0,002
3.B	t1	<0,0001
	t6	<0,0001
	t12	<0,0001
3.C	t1	<0,0001
	t6	<0,0001
	t12	<0,0001
4	t3	<0,0001
	t6	<0,0001
	t12	<0,0001

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05)

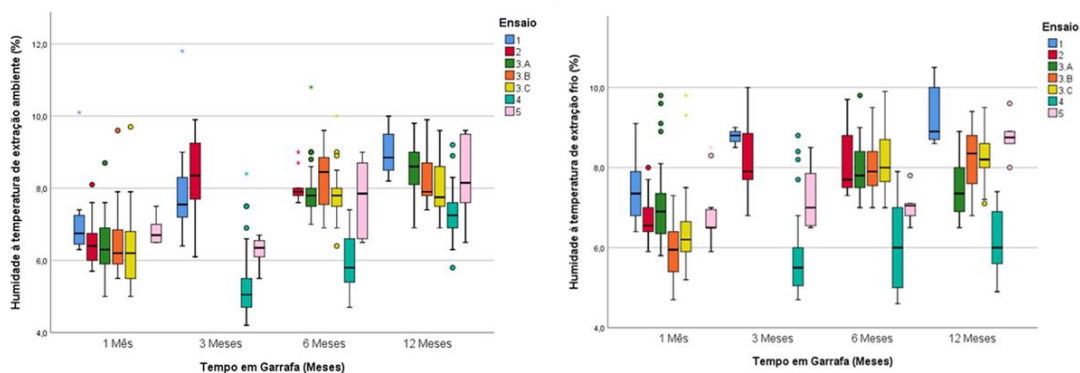


Figura C. 1 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.

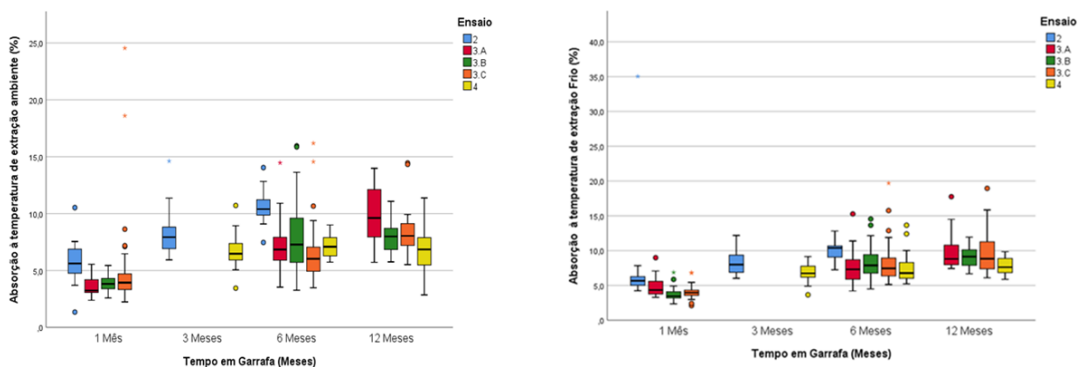


Figura C. 2 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.

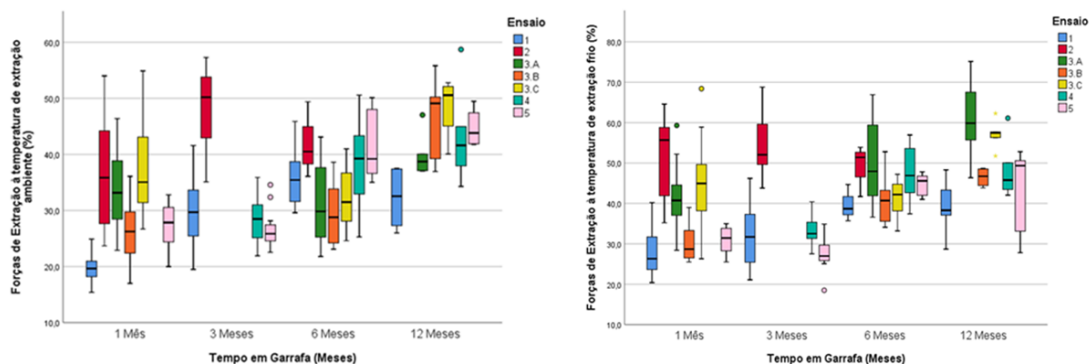


Figura C. 3 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios analisados.

Tabela C. 3 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo para todos os ensaios analisados.

Tempo em Garrafa	Ensaio	Hfinal (%)	Abs (%)	Fe (daN)
1 Mês	1	-	-	-
	2	0,104	0,937	0,001
	3.A	0,002	<0,0001	0,014
	3.B	0,005	0,305	0,080
	3.C	<0,0001	0,620	0,057
	5	0,478	-	0,024
3 Meses	1	0,865	-	0,484
	2	0,475	0,743	0,062
	3.A	-	-	-
	3.B	-	-	-
	3.C	-	-	-
	5	0,010	0,369	0,007
6 Meses	1	0,830	-	0,397
	2	0,605	0,530	0,265
	3.A	0,726	0,612	<0,0001
	3.B	0,251	0,225	<0,0001
	3.C	0,017	0,001	<0,0001
	5	0,958	0,767	0,079
12 Meses	1	0,180	-	0,264
	2	0,520	-	0,070
	3.A	<0,0001	0,864	0,080
	3.B	0,890	0,054	0,949
	3.C	0,731	0,731	0,012
	5	<0,0001	0,053	0,305
		0,354	-	0,853

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela C. 5 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 2.

		t1				t3				t6				t12			
		Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 2	Hinicial (%)			72	72			71	71			18	18			-	-
	Coeficiente de Correlação			-0,048	0,175			0,341	0,213			0,732	0,583			-	-
	Valor de p			0,687	0,142			0,004	0,074			0,001	0,011			-	-
	N			72	72			71	71			18	18			-	-
Hfinal (%)		72		72		71		71		18		18		-		-	-
Coeficiente de Correlação		-0,193		0,458		0,085		0,496		0,140		0,772		-		-	-
Valor de p		0,104		<0,0001		0,479		<0,0001		0,580		<0,0001		-		-	-
Abs (%)		72		72		71		71		18		18		-		-	-
Coeficiente de Correlação		-0,009		0,039		-0,039		0,182		0,182		0,470		-		-	-
Valor de p		0,938		0,746		0,746		0,470		0,470		0,470		-		-	-
Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		6	6	6		-	-	-	-
	Coeficiente de Correlação	-0,091	-0,620	-0,133		-0,056	-0,387	-0,003		0,029	-0,683	-0,334		-	-	-	-
	Valor de p	0,674	0,001	0,537		0,795	0,062	0,990		0,957	0,135	0,518		-	-	-	-

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela C. 6 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.A.

		t1				t3				t6				t12			
		Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 3. A	N	Hinicial (%)		72	72			-	-			72	72			36	36
		Coeficiente de Correlação		0,081	0,138			-	-			0,448	0,103			0,041	0,207
		Valor de p		0,499	0,249			-	-			<0,0001	0,389			0,812	0,226
	Hfinal (%)	N		72		72		-	-		72		72		36		36
		Coeficiente de Correlação		-0,367		0,661		-	-		-0,042		0,509		0,581		0,362
		Valor de p		0,002		<0,0001		-	-		0,729		<0,0001		<0,0001		0,030
	Abs (%)	N		72				-			72				36		
		Coeficiente de Correlação		-0,533				-			-0,060				0,070		
		Valor de p		<0,0001				-			0,616				0,687		
	Fe (daN)	N	24	24	24		-	-	-	24	24	24		12	12	12	
		Coeficiente de Correlação	0,029	-0,512	0,253		-	-	-	-0,253	-0,765	-0,178		0,297	-0,837	-0,108	
		Valor de p	0,894	0,011	0,233		-	-	-	0,233	<0,0001	0,404		0,349	0,001	0,739	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação(p<0,05)

Tabela C. 7 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.B.

		t1				t3				t6				t12			
		Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 3. B	Hinicial (%)			72	72			-	-			71	71			31	31
	Coefficiente de Correlação			0,200	0,228			-	-			0,485	0,167			0,168	-0,082
	Valor de p			0,092	0,054			-	-			<0,0001	0,163			0,367	0,662
	N																
Hfinal (%)		72		72			-	-			71		71		31		31
Coefficiente de Correlação		0,334		0,292			-	-			0,137		0,529		0,026		0,316
Valor de p		0,004		0,013			-	-			0,254		<0,0001		0,890		0,083
Abs (%)		72					-	-			71				31		
Coefficiente de Correlação		0,122					-	-			-0,145				-0,350		
Valor de p		0,309					-	-			0,228				0,054		
Fe (daN)	N	24	24	24		-	-	-		23	23	23		10	10	10	
Coefficiente de Correlação		-0,047	-0,364	0,028		-	-	-		0,165	-0,718	-0,133		-0,428	0,023	0,487	
Valor de p		0,829	0,080	0,895		-	-	-		0,452	<0,0001	0,545		0,217	0,949	0,154	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação(p<0,05)

Tabela C. 8 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 3.C.

			t1				t3				t6				t12			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 3.C	Hinicial (%)	N			72			-	-			72	72			34	34	
		Coeficiente de Correlação			0,212			-	-			0,384	0,062			0,057	0,280	
		Valor de p			0,074			-	-			0,001	0,605			0,329	0,109	
	Hfinal (%)	N		72		72			-	-		72		72		34		34
Coeficiente de Correlação			-0,018		0,422			-	-		-0,283		0,628		-0,142		0,377	
Valor de p			0,688		<0,0001			-	-		0,016		<0,0001		0,424		0,028	
Abs (%)	N		72					-	-		72				34			
	Coeficiente de Correlação		0,058					-	-		-0,412				-0,228			
	Valor de p		0,628					-	-		<0,0001				0,194			
Fe (daN)	N	24	24	24		-	-	-		25	25	25		11	11	11		
	Coeficiente de Correlação	-0,226	-0,409	-0,070		-	-	-		-0,262	-0,673	0,171		0,445	-0,724	-0,123		
	Valor de p	0,289	0,047	0,739		-	-	-		0,206	<0,0001	0,414		0,170	0,012	0,720		

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação(p<0,05)

Tabela C. 9 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 4.

			t1				t3				t6				t12			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 4	Hinicial (%)	N			-	-			72	72			36	36			36	36
		Coeficiente de Correlação			-	-			0,461	0,297			0,626	0,301			0,333	0,015
		Valor de p			-	-			<0,0001	0,011			<0,0001	0,074			0,048	0,932
	Hfinal (%)	N		-		-		72		72		36		36		36		36
		Coeficiente de Correlação		-		-		-0,304		0,439		0,051		0,417		0,584		0,259
		Valor de p		-		-		0,009		<0,0001		0,768		0,011		<0,0001		0,127
	Abs (%)	N		-		-		72		72		36		36		36		36
		Coeficiente de Correlação		-		-		-0,147		-0,147		0,053		0,053		-0,325		-0,325
		Valor de p		-		-		0,218		0,218		0,757		0,757		0,053		0,053
	Fe (daN)	N	-	-	-	-	24	24	24	24	12	12	12	12	12	12	12	12
		Coeficiente de Correlação	-	-	-	-	-0,195	-0,530	-0,140	-0,140	-0,259	-0,526	-0,021	-0,021	-0,613	-0,323	-0,577	-0,577
		Valor de p	-	-	-	-	0,361	0,008	0,525	0,525	0,416	0,079	0,949	0,949	0,034	0,305	0,050	0,050

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação(p<0,05)

Tabela C. 10 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio 5.

			t1				t3				t6				t12			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio 5	Hinicial (%)	N Coeficiente de Correlação Valor de p			-	-			-	-			-	-			-	-
	Hfinal (%)	N Coeficiente de Correlação Valor de p		24		-		24		-		12		-		12		-
			0,163		-		-0,684		-		0,428		-		-0,294		-	
			0,448		-		<0,0001		-		0,165		-		0,354		-	
	Abs (%)	N Coeficiente de Correlação Valor de p		-		-		-		-		-		-		-		-
	Fe (daN)	N Coeficiente de Correlação Valor de p	-	24	24		-	24	24		-	12	12		-	12	12	
			-	-0,464	0,279		-	-0,253	0,211		-	-0,359	-0,257		-	0,061	0,271	
			-	0,023	0,187		-	0,233	0,323		-	0,252	0,420		-	0,850	0,395	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação(p<0,05)

Anexo D: Impacto da Humidade no seu desempenho em garrafa- Efeito do Tempo em *Stock*

Nas Tabelas D.1 a D.5 encontram-se os resultados da média e desvio padrão de todos os parâmetros analisados (humidade inicial e final, absorção e forças de extração) das rolhas após extração ao longo do tempo em *stock*, em todos os ensaios analisados.

Tabela D. 1 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em *stock*, nos ensaios B, C e D.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
1/2 Mês	B	4,9±0,4	7,3±1,4	5,5±2,1	42,2±9,2
	C	5,3±0,4	8,1±1,3	4,8±1,8	38,7±6,5
	D	5,4±0,4	7,3±0,9	4,7±1,3	41,2±12,8
1 Mês	B	4,0±0,3	7,5±0,9	5,8±1,6	34,1±8,1
	C	5,3±0,4	7,8±0,9	4,8±1,9	35,3±10,4
	D	5,5±0,4	7,2±1,1	4,7±1,4	35,9±9,7
3 Meses	B	4,9±0,4	6,5±1,0	3,3±3,3	40,5±8,2
	C	5,3±0,3	6,6±0,8	5,0±2,0	36,1±9,6
	D	5,5±0,5	6,7±0,8	5,5±1,6	38,5±9,5
6 Meses	B	4,9±0,4	7,4±0,8	6,6±1,8	37,8±6,4
	C	5,3±0,4	6,9±1,2	5,5±1,3	36,4±5,7
	D	5,6±0,4	6,4±0,4	4,6±1,1	36,1±5,8

Tabela D. 2 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em *stock*, nos ensaios G, H e I.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
3 Meses	G	5,7±0,5	8,4±1,5	10,0±8,7	29,8±4,7
	H	4,2±0,4	8,8±1,9	12,2±9,3	36,5±8,9
	I	6,1±0,5	8,2±1,5	9,3±7,6	31,4±5,1
6 Meses	G	5,9±0,6	6,1±0,8	5,4±1,8	31,3±4,9
	H	4,2±0,4	5,9±0,7	6,5±1,8	33,4±4,0
	I	6,0±0,5	6,2±0,7	5,3±1,6	29,2±3,2

Tabela D. 3 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em *stock*, nos ensaios M, N e O.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
1/2 Mês	M	4,8±0,3	6,9±1,0	5,6±1,5	37,5±7,0
	N	5,5±0,5	7,1±1,1	5,4±2,2	31,5±8,2
	O	5,3±0,3	7,1±1,0	5,5±2,0	43,7±10,5
1 Mês	M	4,8±0,3	7,6±1,4	9,0±5,5	30,0±8,8
	N	5,5±0,6	7,6±1,1	8,4±4,6	28,6±7,6
	O	5,4±0,6	7,3±1,2	9,3±6,9	30,2±6,9
3 Meses	M	4,8±0,3	6,6±1,2	6,3±4,1	27,5±6,4
	N	5,5±0,4	6,7±1,1	6,2±3,5	25,1±5,0
	O	5,4±0,4	6,8±1,1	6,8±4,4	24,5±6,4
6 Meses	M	4,9±0,4	7,5±1,8	10,0±8,3	32,8±7,0
	N	5,5±0,4	7,5±1,8	8,8±7,7	28,7±8,2
	O	5,4±0,4	7,7±1,6	9,5±5,8	36,8±6,0

Tabela D. 4 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em *stock*, nos ensaios R, S e T.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
1/2 Mês	R	4,3±0,6	7,7±0,9	7,6±2,7	39,3±8,5
	S	5,9±0,6	7,4±0,8	6,6±2,8	34,0±5,7
	T	5,0±0,6	7,9±1,0	6,6±2,6	43,7±12,0
1 Mês	R	4,1±0,4	7,4±0,8	7,6±3,8	38,5±9,6
	S	5,7±0,7	7,4±0,9	6,2±3,7	31,5±5,9
	T	4,9±0,6	7,8±0,7	8,4±8,4	36,4±8,3
6 Meses	R	4,3±0,5	7,9±1,5	8,0±2,2	35,7±4,2
	S	5,8±0,5	8,8±0,9	7,3±2,3	42,8±7,2
	T	5,0±0,7	7,5±1,0	7,4±1,8	37,4±5,2

Tabela D. 5 - Resultados da Média e Desvio Padrão da Humidade Inicial e Final (%), Absorção (%) e Forças de Extração (daN) das rolhas extraídas ao longo do tempo em *stock*, nos ensaios X e Y.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Humidade Inicial (%)	Humidade Final (%)	Absorção (%)	Forças de Extração (daN)
3 Meses	X	4,4±0,2	6,5±1,7	6,4±3,7	26,4±4,3
	Y	4,8±0,2	4,7±0,3	3,7±2,5	27,3±4,2
6 Meses	X	3,7±0,2	5,0±0,5	3,4±0,7	25,8±4,2
	Y	4,8±0,2	5,9±1,2	4,4±1,8	28,1±4,0

Neste estudo também foi avaliado a existência de diferenças significativas entre a umidade inicial e a umidade final das rolas *Naturity*® ao fim de um mês em garrafa (após terem sido engarrafadas ao fim de cada tempo em *stock*).

Tabela D. 6 - Evolução da umidade ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios B, C e D.

		Hinicial vs Hfinal
Ensaio B	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio C	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio D	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 7 - Evolução da umidade ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios G, H e I.

		Hinicial vs Hfinal
Ensaio G	S3	<0,0001
	S6	0,022
Ensaio H	S3	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio I	S3	<0,0001
	S6	0,804

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 8 - Evolução da umidade ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios M, N e O.

		Hinicial vs Hfinal
Ensaio M	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio N	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio O	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S3	<0,0001
	S6	<0,0001

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 9 - Evolução da humidade ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios R, S e T.

		Hinicial vs Hfinal
Ensaio R	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio S	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S6	<0,0001
Ensaio T	S1/2	<0,0001
	S1	<0,0001
	S6	<0,0001

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 10 - Evolução da humidade ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios X e Y.

		Hinicial vs Hfinal
Ensaio X	S3	<0,0001
	S6	0,032
Ensaio Y	S3	0,602
	S6	<0,0001

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Após a extração das rolhas foi estudada a existência de diferenças nos parâmetros físico-mecânicos consoante a condição de extração (Figuras D.1 a D.15 e Tabelas D.11 a D.15) e se a humidade influencia os parâmetros físico-mecânicos estudados (humidade final, forças de extração automática e absorção) ao longo do tempo em *stock* (Tabelas D.16 a D.29).

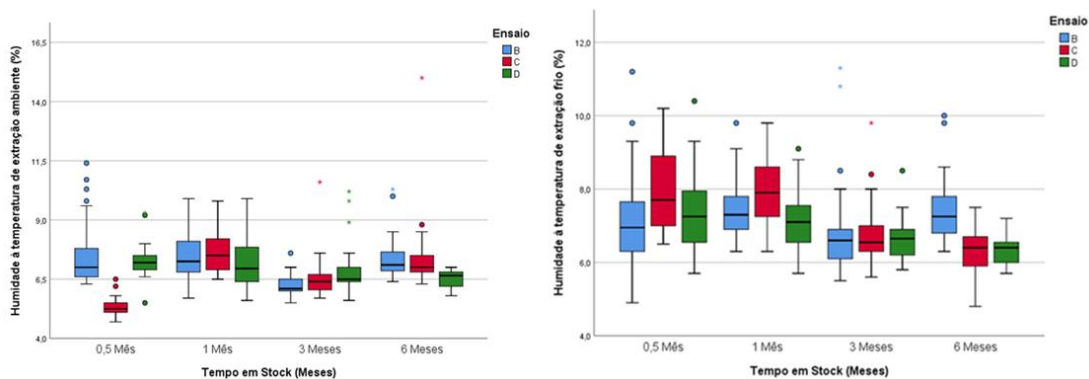


Figura D. 1 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.

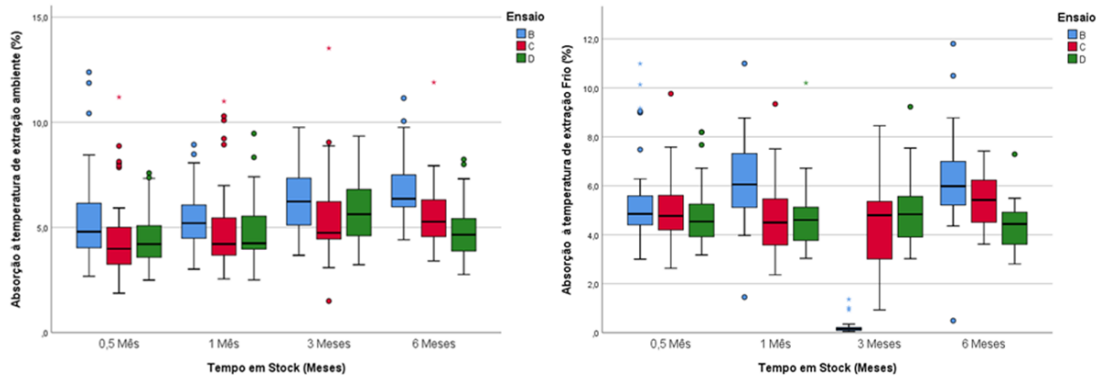


Figura D. 2 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.

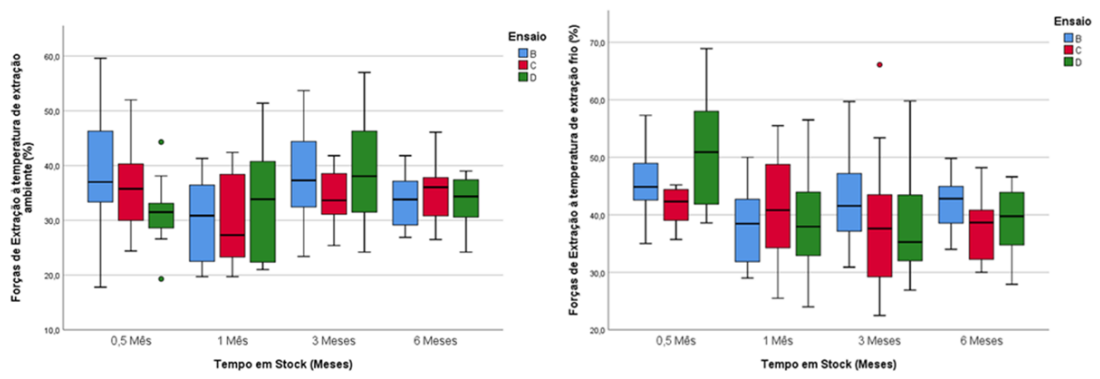


Figura D. 3 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios B, C e D.

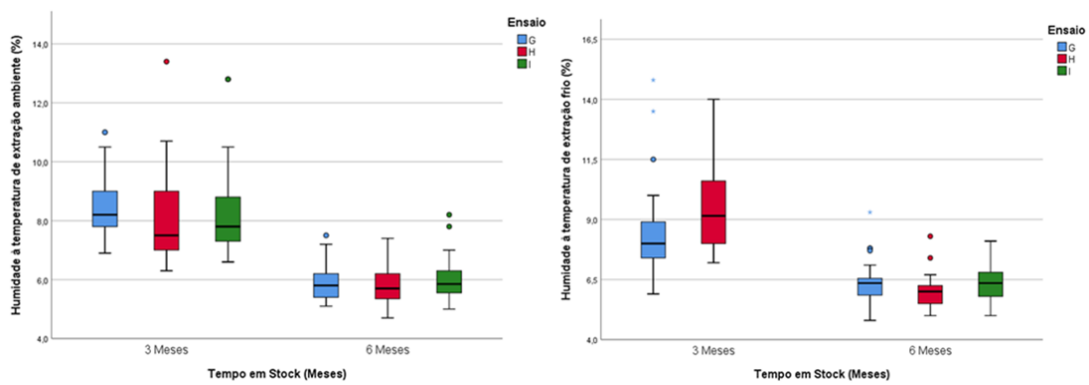


Figura D. 4 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.

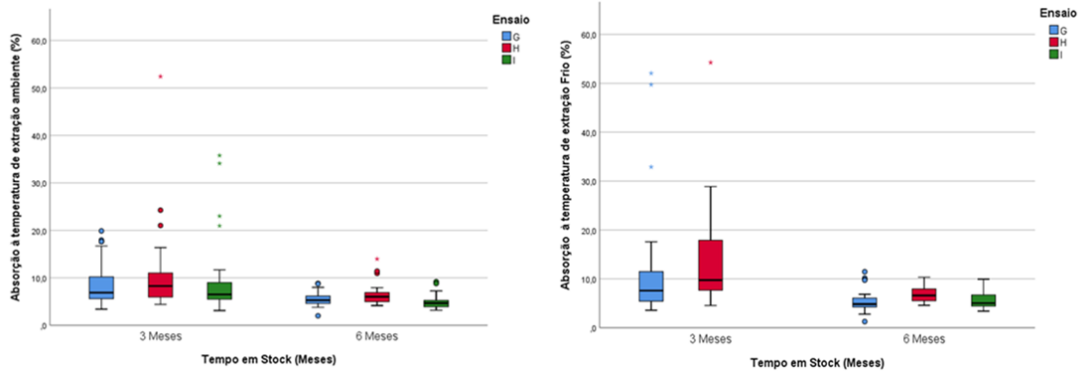


Figura D. 5 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.

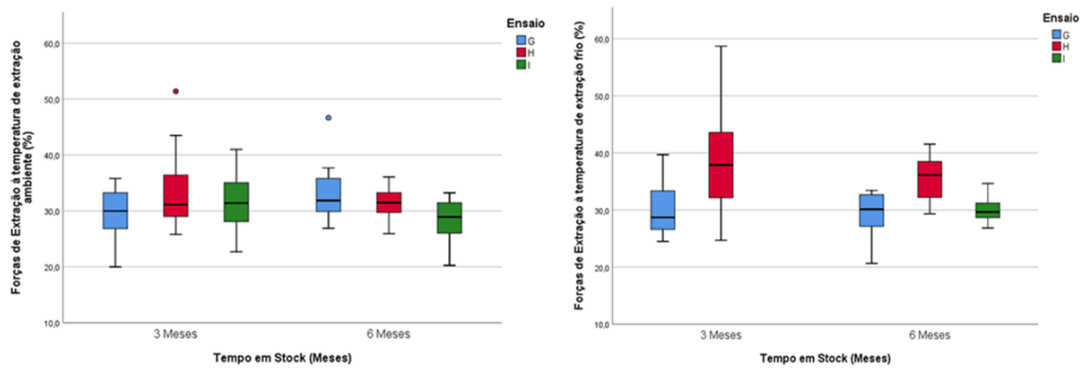


Figura D. 6 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios G, H e I.

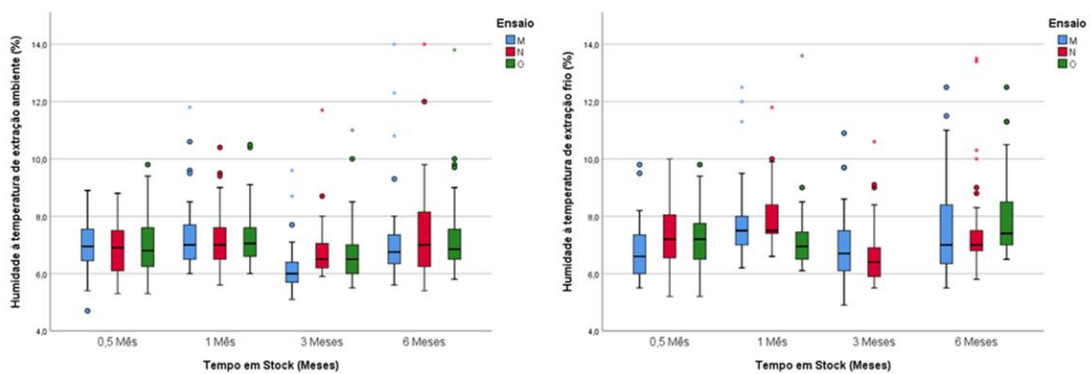


Figura D. 7 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração (à esquerda) e frio (à direita) ambiente nos ensaios M, N e O.

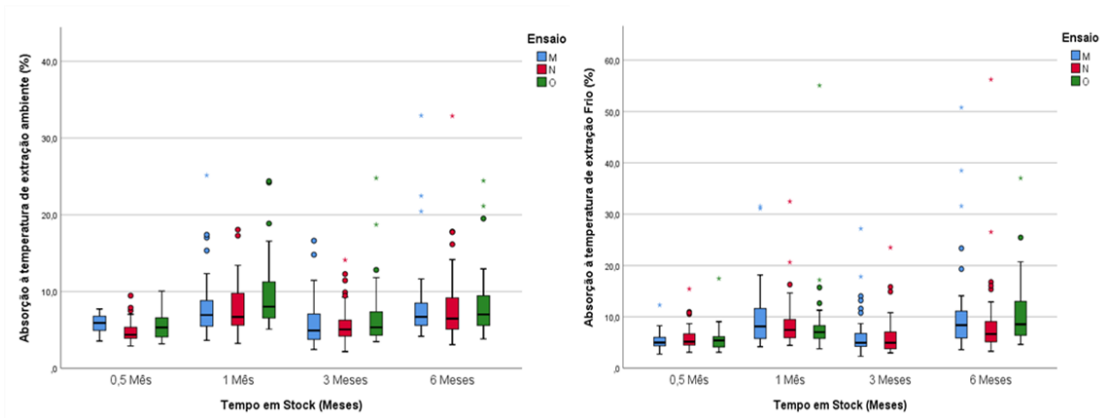


Figura D. 8 - Evolução da absorção (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios M, N e O.

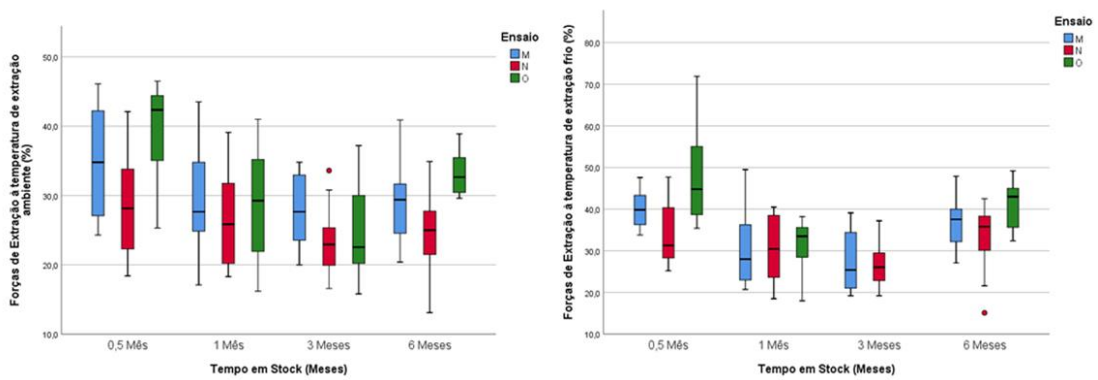


Figura D. 9 - Evolução das forças de extração (daN) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios M, N e O.

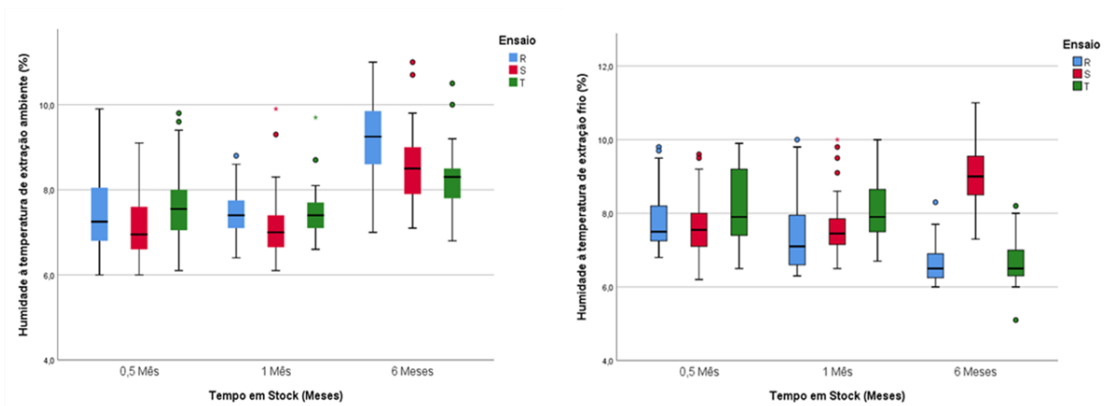


Figura D. 10 - Evolução da humidade final (%) das rolhas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.

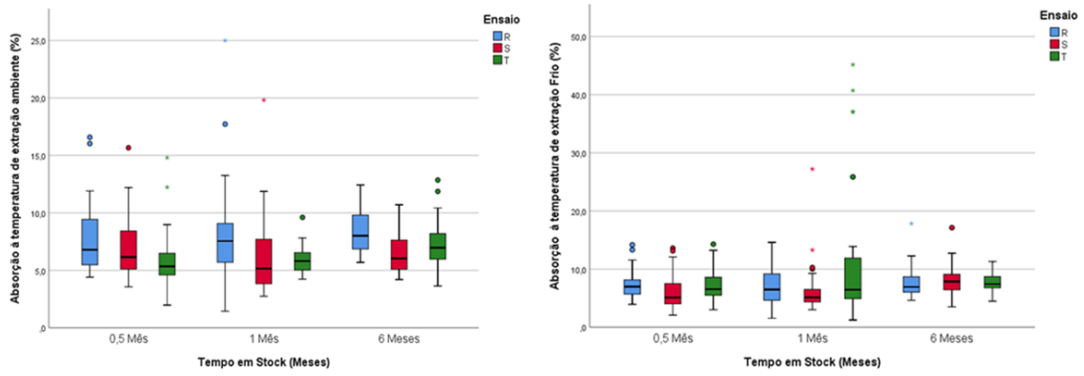


Figura D. 11 - Evolução da absorção (%) das rolas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.

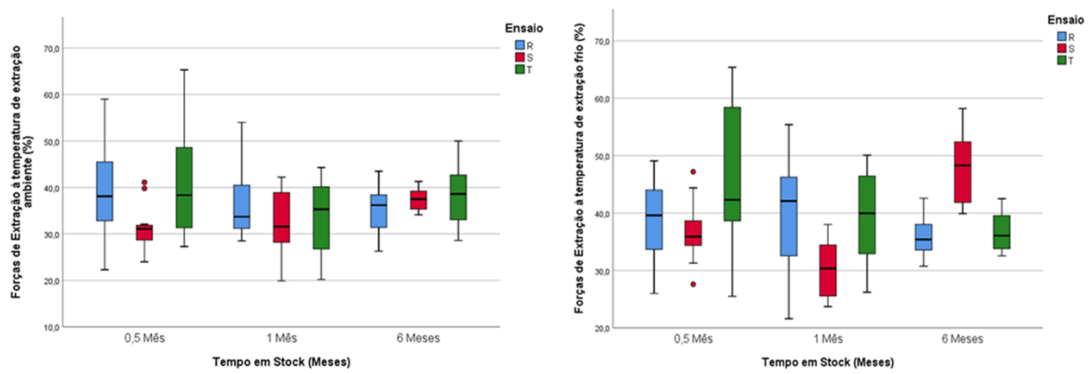


Figura D. 12 - Evolução das forças de extração (daN) das rolas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios R, S e T.

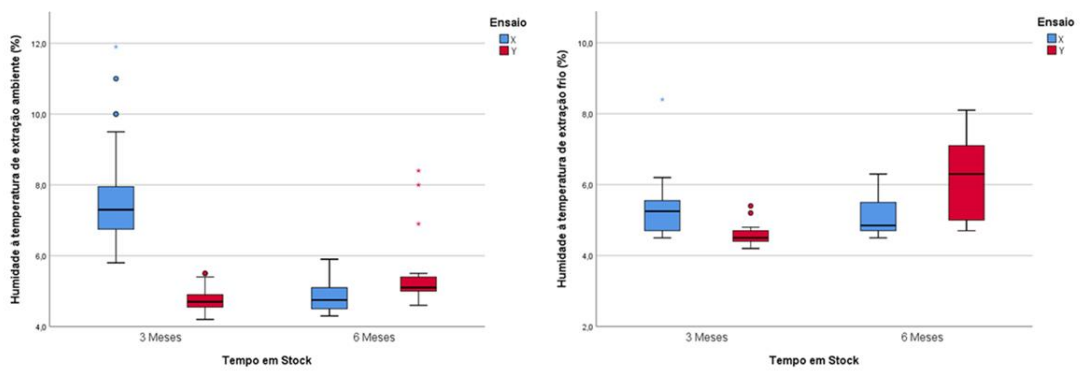


Figura D. 13 - Evolução da humidade final (%) das rolas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.

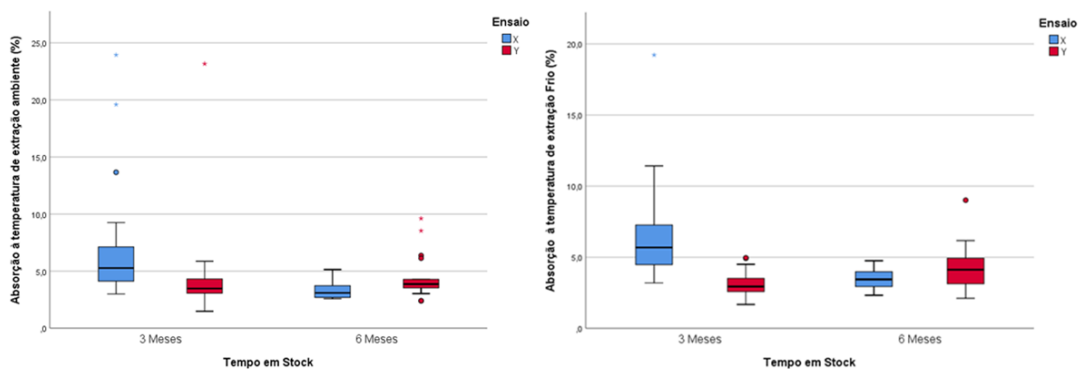


Figura D. 14 - Evolução da absorção (%) das rolas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.

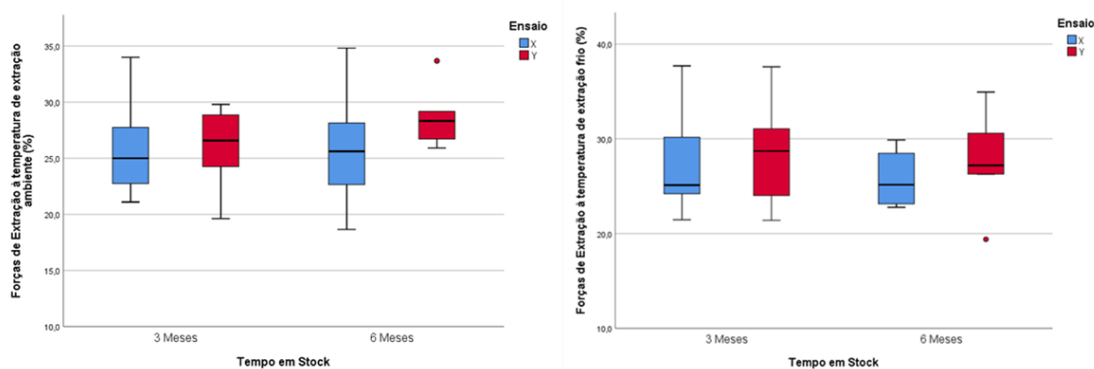


Figura D. 15 - Evolução das forças de extração (daN) das rolas à temperatura de extração ambiente (à esquerda) e frio (à direita) nos ensaios X e Y.

Tabela D. 11 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios B, C e D.

Tempo Em Stock	Ensaio	H _{final} (%)	Abs (%)	Fe (daN)
1/2 Mês	B	0,266	0,819	0,060
	C	0,672	0,017	0,034
	D	0,813	0,814	<0,0001
1 Mês	B	0,869	0,006	0,013
	C	0,156	0,928	0,011
	D	0,907	0,554	0,223
3 Meses	B	0,005	<0,0001	0,236
	C	0,109	0,907	0,301
	D	0,721	0,123	0,809
6 Meses	B	0,876	0,082	<0,0001
	C	<0,0001	0,875	0,239
	D	0,009	0,232	0,020

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 12 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios G, H e I.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Hfinal (%)	Abs (%)	Fe (daN)
3 Meses	G	0,471	0,747	0,883
	H	<0,0001	0,024	0,240
	I	-	-	-
6 Meses	G	0,011	0,186	0,062
	H	0,276	0,075	0,007
	I	0,037	0,033	0,273

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 13 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (DaN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios M, N e O.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Hfinal (%)	Abs (%)	Fe (daN)
1/2 Mês	M	0,070	0,055	0,077
	N	0,039	0,019	0,085
	O	0,414	0,996	0,037
1 Mês	M	0,033	0,225	0,707
	N	<0,0001	0,280	0,174
	O	0,138	0,034	0,320
3 Meses	M	<0,0001	0,687	0,966
	N	0,198	0,890	0,174
	O	-	-	-
6 Meses	M	0,330	0,126	0,004
	N	0,248	0,890	0,014
	O	0,014	0,069	0,002

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 14 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios R, S e T.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	Hfinal (%)	Abs (%)	Fe (daN)
1/2 Mês	R	0,048	0,963	0,850
	S	0,004	0,079	0,017
	T	0,028	0,008	0,344
1 Mês	R	<0,0001	0,290	0,319
	S	0,001	0,910	0,365
	T	<0,0001	0,173	0,100
6 Meses	R	<0,0001	0,025	0,909
	S	0,025	0,007	<0,0001
	T	<0,0001	0,356	0,552

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 15 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade final (%), absorção (%) e forças de extração (daN) à temperatura de extração ambiente e frio ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios X e Y.

Tempo em <i>Stock</i>	Ensaio	H _{final} (%)	Abs (%)	F _e (daN)
3 Meses	X	<0,0001	0,434	1,000
	Y	0,005	0,003	0,256
6 Meses	X	0,930	0,453	1,000
	Y	0,091	0,924	0,655

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela D. 16 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio B.

		S1/2				S1				S3				S6				
		Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	
Ensaio B	Hinicial (%)	N			70	70		70	70			71	71			72	72	
		Coeficiente de Correlação			0,143	0,181		0,260	0,083			0,289	-	0,005		0,399	0,091	
		Valor de p			0,239	0,134		0,030	0,495			0,015	0,966		0,001	0,275		
	Hfinal (%)	N		70		70	70		70		71		71		72		72	
		Coeficiente de Correlação		0,134		0,598	0,044		0,436		-0,337		-	0,072		-0,015		0,428
		Valor de p		0,269		<0,0001	0,718		<0,0001		0,004		0,553		0,898		<0,0001	
	Abs (%)	N		70			70				71				72			
		Coeficiente de Correlação		-0,028			-0,255				0,866				0,235			
		Valor de p		0,821			0,033				<0,0001				0,047			
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		24	24	24		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	0,240	-0,389	-0,4		-	-0,355	-0,408	0,216	-0,114	-0,201	-	0,200	0,019	-0,582	-	0,056
		Valor de p	0,258	0,060	0,053		0,019	0,019	0,148		0,451	0,248	0,184		0,900	0,001	0,709	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 17 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio C.

			S1/2				S1				S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio C	Hinicial (%)	N			72	72		72	72			71	71			72	72	
		Coeficiente de Correlação			-0,06	-0,116		0,196	0,120			0,169	0,055			0,321	0,320	
		Valor de p			0,609	0,331		0,099	0,315			0,159	0,648			0,006	0,006	
	Hfinal (%)	N		72		72		72		72		71		71		72		72
		Coeficiente de Correlação		0,05		0,623		-0,169		0,577		-0,236		0,278		0,594		0,533
		Valor de p		0,676		<0,0001		0,157		<0,0001		0,048		0,019		<0,0001		<0,0001
	Abs (%)	N		72				72				71			72			
		Coeficiente de Correlação		-0,283				-0,011				0,216			-0,019			
		Valor de p		0,016				0,929				0,071			0,876			
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		24	24	24		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	-0,356	-0,482	-0,110		0,213	-0,506	0,450		-0,363	-0,133	0,001		-0,047	-0,235	-0,337	
		Valor de p	0,087	0,017	0,597		0,318	0,012	0,027		0,081	0,537	0,997		0,828	0,269	0,107	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 18 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio D.

			S1/2				S1				S3				S6			
			Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Extração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio D	Hinicial (%)	N			72	72			71	71			71	71			70	70
		Coeficiente de Correlação			0,031	-0,069			0,115	0,156			0,554	0,120			0,235	0,207
		Valor de p			0,796	0,567			0,340	0,193			<0,0001	0,321			0,050	0,086
	Hfinal (%)	N		72		72		71		71		71		71		70		70
		Coeficiente de Correlação		0,019		0,481		0,002		0,515		0,072		0,499		0,247		0,607
		Valor de p		0,871		<0,0001		0,986		<0,0001		0,552		<0,0001		0,040		<0,0001
	Abs (%)	N		72				71				71				70		
		Coeficiente de Correlação		-0,118				-0,011				0,268				0,175		
		Valor de p		0,322				0,927				0,024				0,146		
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		24	24	24		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	-0,137	-0,784	-0,25		-0,162	-0,258	0,267		0,339	0,06	0,416		-0,155	-0,470	-0,172	
		Valor de p	0,524	<0,0001	0,240		0,448	0,223	0,208		0,105	0,780	0,043		0,47	0,020	0,423	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 19 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio G.

			S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio G	Hinicial (%)	N			71	71			72	72
		Coeficiente de Correlação			0,146	0,094			0,131	-0,128
		Valor de p			0,224	0,434			0,273	0,284
	Hfinal (%)	N		71		71		72		72
		Coeficiente de Correlação		0,086		0,632		-0,303		0,398
		Valor de p		0,475		<0,0001		0,010		0,001
	Abs (%)	N		71				72		
		Coeficiente de Correlação		-0,038				0,157		
		Valor de p		0,75				0,188		
	Fe (daN)	N	23	23	23		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	0,273	-0,013	0,159		-0,016	0,301	-0,315	
		Valor de p	0,207	0,953	0,468		0,94	0,152	0,134	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 20 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio H.

			S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio H	Hinicial (%)	N			70	70			72	72
		Coeficiente de Correlação			0,141	-0,031			0,254	0,074
		Valor de p			0,243	0,797			0,031	0,535
	Hfinal (%)	N		70		70		72		72
		Coeficiente de Correlação		-0,436		0,755		-0,129		0,352
	Abs (%)	Valor de p		<0,0001		<0,0001		0,279		0,002
		N		70				72		
	Coeficiente de Correlação			-0,272				-0,211		
		Valor de p		0,023				0,075		
	Fe (daN)	N	22	22	22		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	-0,212	-0,273	-0,072		-	-0,506	-0,342	
		Valor de p	0,343	0,218	0,749		0,0360	0,012	0,101	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 21 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio I.

			S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio I	Hinicial (%)	N			36	36			72	72
		Coefficiente de Correlação			0,264	0,011			0,324	0,266
		Valor de p			0,120	0,950			0,005	0,024
	Hfinal (%)	N				36		72		72
		Coefficiente de Correlação				0,425		-0,248		0,463
	Abs (%)	N						72		
		Coefficiente de Correlação						-0,253		
	Fe (daN)	N	12		12		23	23	23	
		Coefficiente de Correlação	-0,151		-0,264		-0,012	-0,184	-0,083	
	Fe (daN)	N								
		Valor de p	0,639		0,408		0,957	0,401	0,708	
	Fe (daN)	N								
Valor de p									<0,0001	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 22 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio M.

			S1/2				S1				S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio M	Hinicial (%)	N			72	72			71	71			71	71			71	71
		Coeficiente de Correlação			0,236	0,235			0,455	0,322			0,238	0,068			0,309	0,227
		Valor de p			0,046	0,047			<0,0001	0,006			0,045	0,572			0,009	0,057
	Hfinal (%)	N		72		72		71		71		71		71		71		71
		Coeficiente de Correlação		0,215		0,365		-0,254		0,666		-0,475		0,602		-0,116		0,620
		Valor de p		0,070		0,002		0,032		<0,0001		<0,0001		<0,0001		0,334		<0,0001
	Abs (%)	N		72				71				71				71		
		Coeficiente de Correlação		0,228				-0,145				-0,048				-0,183		
		Valor de p		0,054				0,228				0,690				0,127		
	Fe (daN)	N	24	24	24		23	23	23		23	23	23		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	-0,190	-0,313	-0,163		-0,028	0,000	-0,291		-0,256	0,033	0,180		-0,09	-0,536	0,077	
		Valor de p	0,375	0,136	0,446		0,897	1,000	0,178		0,238	0,882	0,410		0,674	0,007	0,719	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 23 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio N.

			S1/2				S1				S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio N	Hinicial (%)	N			72	72		72	72			72	72			71	71	
		Coeficiente de Correlação			0,384	0,342		0,142	0,144			0,174	0,21			0,154	0,100	
		Valor de p			0,001	0,003		0,234	0,227			0,144	0,077			0,201	0,406	
	Hfinal (%)	N		72		72		72		72		72			71		71	
		Coeficiente de Correlação		-0,211		0,668		-0,426		0,640		0,189		0,709		-0,138		0,733
		Valor de p		0,076		<0,0001		<0,0001		<0,0001		0,112		<0,0001		0,251		<0,0001
	Abs (%)	N		72				72				72			71			
		Coeficiente de Correlação		-0,277				-0,128				-0,017			0,016			
		Valor de p		0,018				0,283				0,885			0,891			
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		24	24	24		23	23	23	
		Coeficiente de Correlação	-0,222	-0,385	0,074		-0,105	-0,325	-0,428		-0,203	-0,295	0,091		0,099	-0,551	-0,428	
		Valor de p	0,298	0,063	0,732		0,626	0,121	0,037		0,340	0,162	0,674		0,653	0,006	0,042	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 24 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio O.

			S1/2				S1				S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio O	Hinicial (%)	N			72	72		72	72			36	36			70	70	
		Coeficiente de Correlação			0,153	0,229	--	0,299	0,108			-0,019	0,024			0,311	0,222	
		Valor de p			0,200	0,053		0,011	0,367			0,911	0,891			0,009	0,064	
	Hfinal (%)	N		72		72		72		72			36		70		70	
		Coeficiente de Correlação		-0,128		0,563		0,176		0,631			0,630		-0,295		0,806	
		Valor de p		0,285		<0,0001		0,139		<0,0001			<0,0001		0,013		<0,0001	
	Abs (%)	N		72				72							70			
		Coeficiente de Correlação		0,001				0,252							-0,219			
		Valor de p		0,996				0,033							0,069			
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		12		12		23	23	23	
		Coeficiente de Correlação	0,027	-0,428	0,267		-0,381	-0,217	-	0,373	-0,565		-	0,232	0,104	-0,604	-	0,036
		Valor de p	0,899	0,037	0,207		0,067	0,309	0,073		0,055		0,469		0,637	0,002	0,871	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 25 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio R.

			S1/2				S1				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio R	Hinicial (%)	N			71	71			72	72			72	72
		Coeficiente de Correlação			0,05	-0,005			0,202	0,170			0,400	0,277
		Valor de p			0,679	0,969			0,089	0,153			<0,0001	0,018
	Hfinal (%)	N		71		71		72		72		72		72
		Coeficiente de Correlação		-0,236		0,499		0,141		0,358		0,843		0,461
		Valor de p		0,047		<0,0001		0,239		0,002		0,000		<0,0001
	Abs (%)	N		71		71		72		72		72		72
		Coeficiente de Correlação		-0,005		0,499		0,126		0,358		0,266		0,461
		Valor de p		0,968		<0,0001		0,293		0,002		0,024		<0,0001
	Fe (daN)	N	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
		Coeficiente de Correlação	-0,273	0,000	-0,230	-0,401	-0,217	0,269	-0,028	0,012	0,014			
		Valor de p	0,196	1,000	0,280	0,052	0,309	0,204	0,898	0,955	0,948			

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 26 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio S.

			S1/2				S1				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio S	Hinicial (%)	N			72			72			71		71	
		Coeficiente de Correlação			0,031			-0,105			0,273		0,145	
		Valor de p			0,793			0,380			0,020		0,225	
	Hfinal (%)	N		72		72		72		72		71		71
		Coeficiente de Correlação				0,518			-0,382			0,470		0,288
		Valor de p				<0,0001			0,001			<0,0001		0,015
	Abs (%)	N		72		72		72		72		71		71
		Coeficiente de Correlação				0,209			0,013			-0,320		0,479
		Valor de p				0,079			0,911			0,006		<0,0001
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		24	24	24	
		Coeficiente de Correlação	0,351	-0,506	-0,047		0,028	0,175	-0,140		0,009	-0,777	-0,046	
		Valor de p	0,092	0,012	0,828		0,895	0,414	0,515		0,968	<0,0001	0,829	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 27 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio T.

			S1/2				S1				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio T	Hinicial (%)	N			72	72			72	72			70	70
		Coefficiente de Correlação			0,167	0,106			-	0,008			0,254	0,165
		Valor de p			0,160	0,375			0,948	0,935			0,034	0,173
	Hfinal (%)	N		72		72		72		72		70		70
		Coefficiente de Correlação		-0,261		0,482		-0,459		0,172		0,759		0,21
		Valor de p		0,027		<0,0001		<0,0001		0,149		<0,0001		0,082
	Abs (%)	N		72				72				70		
		Coefficiente de Correlação		-0,313				-0,162				-0,146		
		Valor de p		0,007				0,175				0,226		
	Fe (daN)	N	24	24	24		24	24	24		23	23	23	
		Coefficiente de Correlação	0,169	-0,229	0,311		-0,103	-0,337	0,212		-0,118	0,066	-0,100	
		Valor de p	0,430	0,282	0,139		0,630	0,107	0,320		0,593	0,766	0,648	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 28 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio X.

			S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio X	Hinicial (%)	N			72	72			36	36
		Coeficiente de Correlação			-0,408	0,159			0,192	0,075
		Valor de p			0,708	0,181			0,263	0,664
	Hfinal (%)	N		72		72	36	36		36
		Coeficiente de Correlação		0,806		0,268	0,192	-0,167		0,327
		Valor de p		<0,0001		0,023	0,263	0,329		0,051
	Abs (%)	N		72				36		
		Coeficiente de Correlação		-0,093				-0,128		
		Valor de p		0,438				0,456		
	Fe (daN)	N	24	24	24		12	12	12	
Coeficiente de Correlação		-0,251	-0,120	-0,265		0,235	0,019	0,561		
	Valor de p	0,236	0,575	0,210		0,463	0,953	0,057		

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela D. 29 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao longo do tempo, no Ensaio Y.

			S3				S6			
			Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)	Hinicial (%)	Textração (°C)	Hfinal (%)	Abs (%)
Ensaio Y	Hinicial (%)	N			71	71			36	36
		Coeficiente de Correlação			0,513	0,236			0,255	0,188
		Valor de p			<0,0001	0,047			0,134	0,272
	Hfinal (%)	N		71		71		36		36
		Coeficiente de Correlação		0,333		0,359		-0,286		0,311
		Valor de p		0,005		0,002		0,091		0,065
	Abs (%)	N		71				36		
		Coeficiente de Correlação		0,404				-0,016		
		Valor de p		<0,0001				0,926		
	Fe (daN)	N	24	24	24		12	12	12	
		Coeficiente de Correlação	0,031	-0,229	-0,410		0,479	0,121	0,458	
		Valor de p	0,884	0,282	0,047		0,115	0,708	0,134	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Para analisar quais as diferenças entre os diferentes ensaios, ou seja, entre diferentes tratamentos, para os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em *stock*, aplicaram-se testes de hipóteses onde os resultados obtidos dos valores de p encontram-se nas Tabelas D.30 a D.34.

Tabela D. 30 - Comparação entre os Ensaios B, C e D para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em *stock*.

		Ensaio B vs C	Ensaio B vs D	Ensaio C vs D
S _{1/2}	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	1,000
	Hfinal (%)	<0,0001	1,000	<0,0001
	Abs (%)	0,041	0,043	1,000
	Fe (daN)	0,297	0,948	0,680
S ₁	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	0,053
	Hfinal (%)	0,114	0,112	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Fe (daN)	0,901	0,774	0,967
S ₃	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	0,034
	Hfinal (%)	0,446	0,030	0,767
	Abs (%)	0,036	<0,0001	0,509
	Fe (daN)	0,114		
S ₆	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	0,004
	Hfinal (%)	<0,0001	<0,0001	0,002
	Abs (%)	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Fe (daN)	0,696	0,589	0,984

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela D. 31 - Comparação entre os Ensaios G, H e I para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em *stock*.

		Ensaio G vs H	Ensaio G vs I	Ensaio H vs I
S ₃	Hinicial (%)	<0,0001	0,212	<0,0001
	Hfinal (%)	0,212		
	Abs (%)	0,017	1,000	0,017
	Fe (daN)	0,010	0,653	0,098
S ₆	Hinicial (%)	<0,0001	0,481	<0,0001
	Hfinal (%)	0,150	1,000	0,029
	Abs (%)	<0,0001	1,000	<0,0001
	Fe (daN)	0,191	0,195	0,002

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela D. 32 - Comparação entre os Ensaio M, N e O para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em stock.

		Ensaio M vs N	Ensaio M vs O	Ensaio N vs O
S _{1/2}	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	0,356
	Hfinal (%)	0,341		
	Abs (%)	0,149		
	Fe (daN)	0,047	0,042	<0,0001
S ₁	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	1,000
	Hfinal (%)	0,115		
	Abs (%)	0,645		
	Fe (daN)	0,742		
S ₃	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	1,000
	Hfinal (%)	0,539		
	Abs (%)	0,625		
	Fe (daN)	0,243		
S ₆	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	0,178
	Hfinal (%)	0,137		
	Abs (%)	0,067		
	Fe (daN)	0,440	0,209	0,004

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela D. 33 - Comparação entre os Ensaio R, S e T para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em stock.

		Ensaio R vs S	Ensaio R vs T	Ensaio S vs T
S _{1/2}	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Hfinal (%)	0,334	0,219	0,002
	Abs (%)	0,014	0,040	1,000
	Fe (daN)	0,043	0,305	0,003
S ₁	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Hfinal (%)	1,000	0,008	0,002
	Abs (%)	0,004	0,570	0,163
	Fe (daN)	0,010	0,648	0,094
S ₆	Hinicial (%)	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Hfinal (%)	<0,0001	0,112	<0,0001
	Abs (%)	0,137		
	Fe (daN)	0,001	1,000	0,029

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela D. 34 - Comparação entre os Ensaios X e Y para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em *stock*.

		Ensaio X vs Y
S₃	Hinicial (%)	<0,0001
	Hfinal (%)	<0,0001
	Abs (%)	<0,0001
	Fe (daN)	0,497
S₆	Hinicial (%)	<0,0001
	Hfinal (%)	<0,0001
	Abs (%)	0,011
	Fe (daN)	0,180

H₀: Não há diferenças ($p > 0,05$);

H₁: Há diferença ($p < 0,05$).

Anexo E: Impacto da Humidade nas suas Propriedades Físico-Mecânicas- Efeito do Tempo em *Stock*

Neste anexo encontram-se nos gráficos *box-plot* os resultados dos restantes ensaios em análise referentes ao estudo do impacto da humidade nas propriedades físico-mecânicas; os resultados da média e desvio padrão de todas as propriedades físico-mecânicas das rolhas; a avaliação da variação da humidade e das outras propriedades e se a humidade influencia os parâmetros físico-mecânicos estudado ao longo do tempo em *stock*. Para além disso também se encontra os resultados referentes a existência de diferenças nas propriedades consoante o tratamento aplicado nas rolhas.

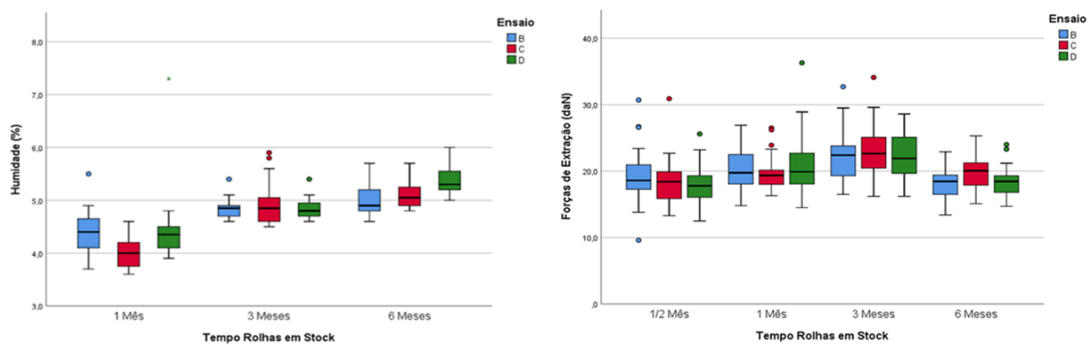


Figura E. 1 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios B, C e D.

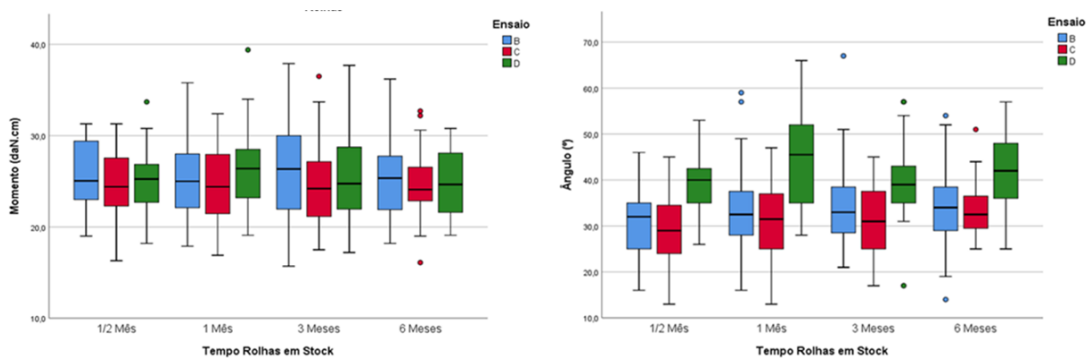


Figura E. 2 - Evolução do momento (daN.cm), à esquerda, e ângulo (°), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios B, C e D.

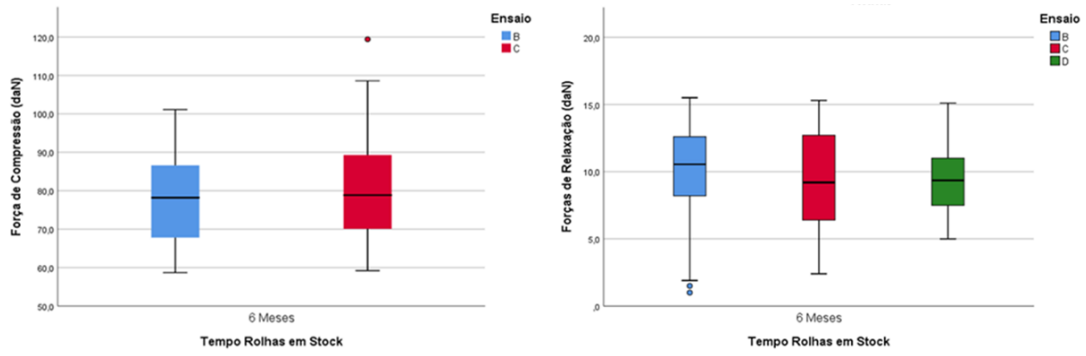


Figura E. 3 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios B, C e D.

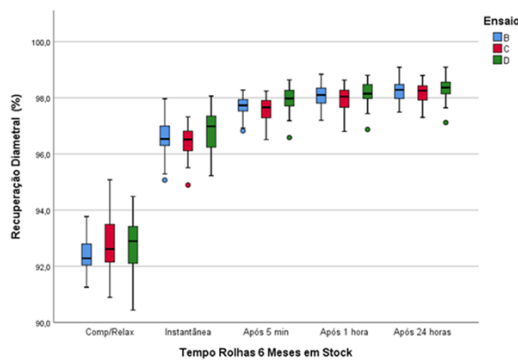


Figura E. 4 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios B, C e D.

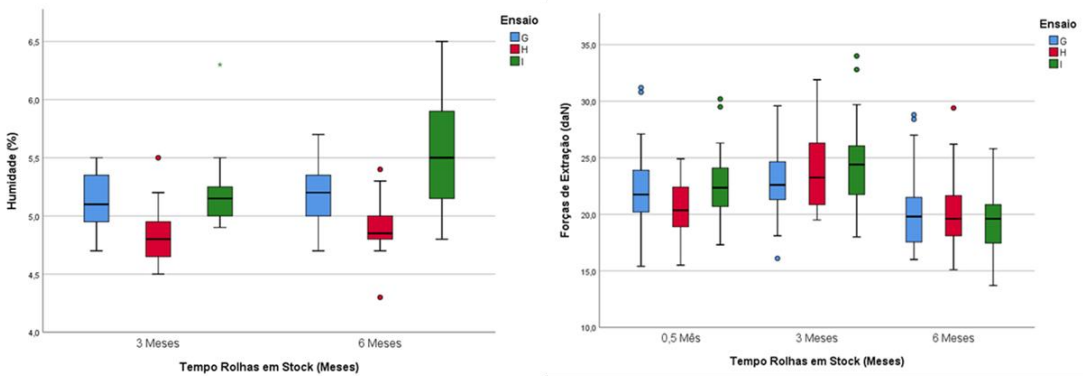


Figura E. 5 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios G, H e I.

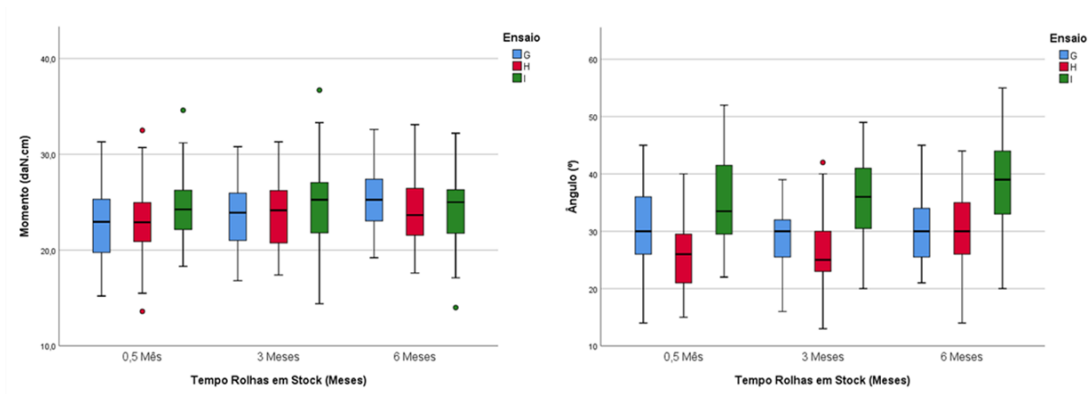


Figura E. 6 - Evolução do momento (daN cm), à esquerda, e do ângulo (°), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios G, H e I.

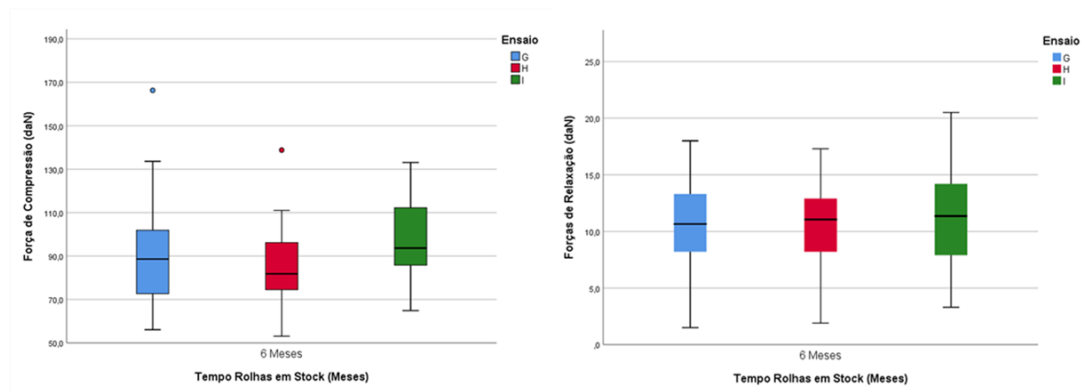


Figura E. 7 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios G, H e I.

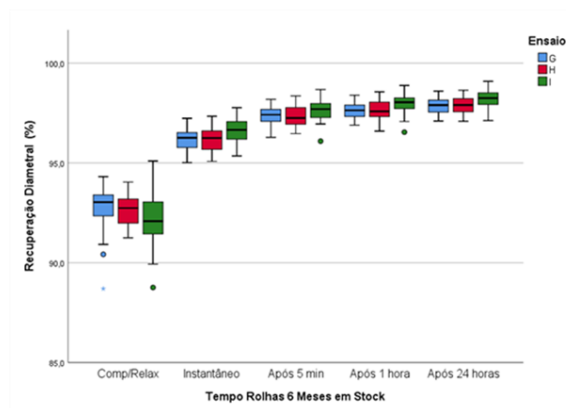


Figura E. 8 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios G, H e I.

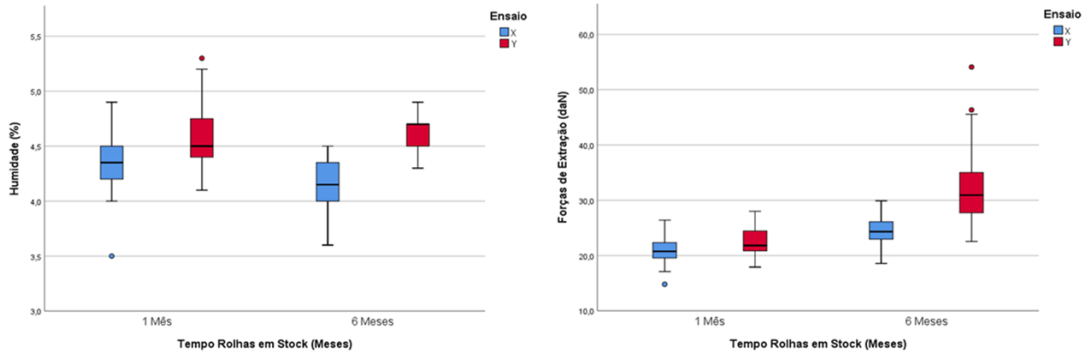


Figura E. 9 - Evolução da humidade (%), à esquerda, e da força de extração (daN), à direita, em função do tempo em stock (meses), nos ensaios X e Y.

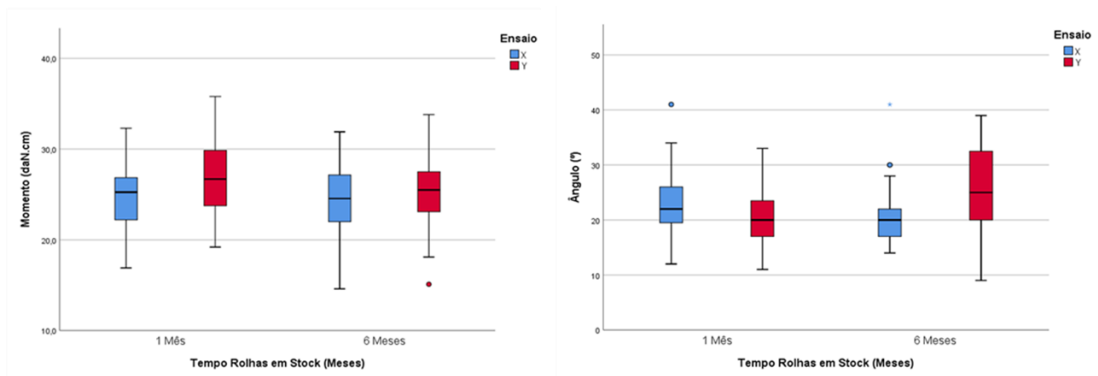


Figura E. 10 - Evolução do momento (daN cm), à esquerda, e do ângulo (°), à direita, em função do tempo em stock (meses), nos ensaios X e Y.

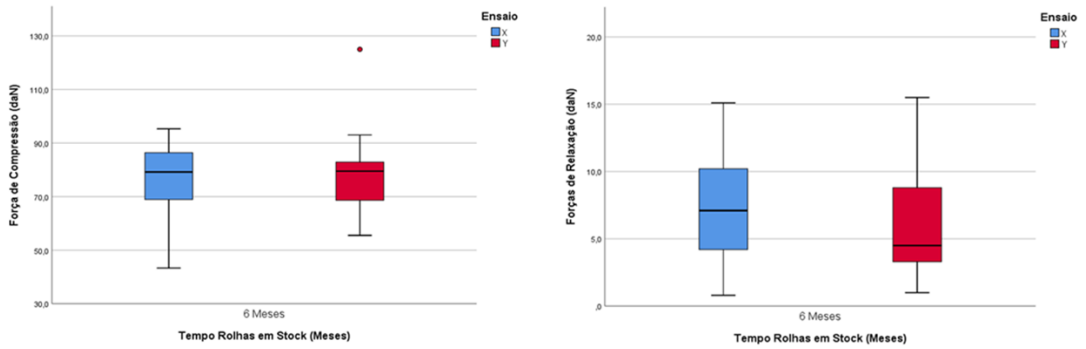


Figura E. 11 - Evolução das forças de compressão (daN), à esquerda, e das forças de relaxação (daN), à direita, em função do tempo em stock (meses), nos ensaios X e Y.

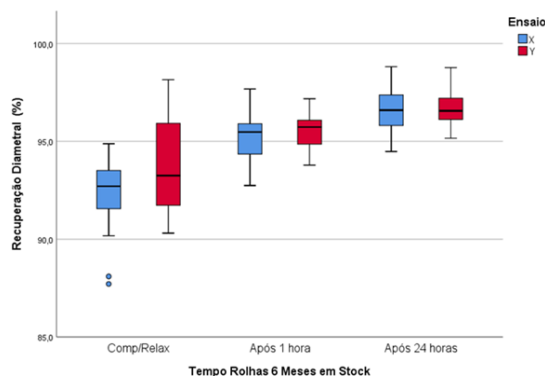


Figura E. 12 - Evolução da recuperação diametral (%) em função do tempo em *stock* (meses), nos ensaios X e Y.

Tabela E. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios B, C e D.

		B	C	D
S1/2	Fe (daN)	19,1±3,7	18,4±3,1	17,9±2,7
	Momento (daN cm)	25,8±3,6	24,6±3,8	25,1±3,3
	Ângulo (°)	30,7±6,8	29,5±7,7	39,0±6,1
S1	Humidade (%)	4,4±0,4	4,0±0,3	4,5±0,7
	Fe (daN)	20,3±3,1	19,7±2,5	20,6±4,5
	Momento (daN cm)	25,1±4,3	24,7±4,3	26,4±4,3
S3	Ângulo (°)	33,9±10,0	31,1±8,0	44,2±9,1
	Humidade (%)	4,8±0,2	4,9±0,4	4,8±0,2
	Fe (daN)	22,3±3,7	23,0±3,5	22,2±3,1
S6	Momento (daN cm)	26,2±5,2	24,6±4,5	25,1±4,4
	Ângulo (°)	35,3±9,0	31,4±7,7	39,5±7,6
	Humidade (%)	5,0±0,3	5,1±0,2	5,4±0,2
	Fe (daN)	18,1±2,2	19,8±2,5	18,4±2,2
	Momento (daN cm)	25,1±4,1	24,7±3,5	24,9±3,6
	Ângulo (°)	34,2±9,0	33,3±6,2	41,8±8,5
	Fc (daN)	77,6±12,1	80,7±14,2	-
	Fr (daN)	9,5±4,3	9,4±4,0	9,3±2,6
	RD Comp/Relax (%)	92,4±0,7	92,7±1,0	92,8±0,9
	RDintantânea (%)	96,6±0,7	96,4±0,5	96,8±0,6
RD5min (%)	97,7±0,4	97,6±0,4	97,9±0,5	
RD1h (%)	98,0±0,4	98,0±0,4	98,1±0,4	
RD24h (%)	98,3±0,4	98,2±0,4	98,3±0,4	

Tabela E. 2 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios G, H e I.

		G	H	I
S_{1/2}	Fe (daN)	22,1±3,5	20,6±2,5	22,5±2,9
	Momento (daN cm)	22,7±4,0	23,0±3,9	24,4±3,3
	Ângulo (°)	30,2±7,0	25,8±5,9	35,2±7,8
S₃	Humidade (%)	5,1±0,3	4,8±0,3	5,2±0,3
	Fe (daN)	23,0±2,9	23,8±3,3	24,3±3,5
	Momento (daN cm)	23,6±3,4	23,6±3,7	24,6±4,5
S₆	Ângulo (°)	28,7±5,4	26,4±6,6	35,6±7,4
	Humidade (%)	5,2±0,2	4,9±0,2	5,5±0,5
	Fe (daN)	20,0±3,3	20,1±3,0	19,3±2,5
	Momento (daN cm)	25,2±3,4	24,2±3,6	24,2±4,1
	Ângulo (°)	30,8±6,2	29,9±7,1	38,1±8,1
	F_c (daN)	91,7±23,5	85,3±17,1	95,9±17,4
	F_r (daN)	10,5±4,1	10,5±3,8	11,1±4,0
	RD Comp/Relax (%)	92,7±1,1	92,6±0,8	92,3±1,5
	RD_{intantânea} (%)	96,2±0,5	96,2±0,6	96,6±0,6
	RD_{5min} (%)	97,4±0,4	97,4±0,5	97,7±0,5
	RD_{1h} (%)	97,6±0,4	97,6±0,5	98,0±0,5
	RD_{24h} (%)	97,9±0,4	97,9±0,4	98,2±0,5

Tabela E. 3 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios M, N e O.

		M	N	O
S1/2	Fe (daN)	19,7±2,4	21,1±2,9	17,8±3,2
	Momento (daN cm)	23,9±4,2	27,0±3,0	26,4±3,6
	Ângulo (°)	27,4±5,2	36,0±6,8	38,4±8,8
S1	Humidade (%)	4,2±0,3	4,2±0,3	4,3±0,4
	Fe (daN)	19,7±3,2	22,0±4,5	27,1±7,9
	Momento (daN cm)	24,9±3,2	24,3±3,4	25,3±4,0
S3	Ângulo (°)	31,6±8,4	31,3±9,5	39,2±7,4
	Humidade (%)	4,4±0,2	4,8±0,1	5,1±0,2
	Fe (daN)	21,2±3,8	23,6±3,8	23,1±4,5
	Momento (daN cm)	25,5±5,3	27,9±4,3	28,9±5,3
	Ângulo (°)	25,3±6,2	32,6±5,7	37,2±6,6
	Fc (daN)	73,4±11,8	68,2±12,1	78,6±10,1
	Fr (daN)	5,5±3,2	5,4±3,1	6,9±3,2
	RD Comp/Relax (%)	91,5±1,2	91,8±1,2	92,0±1,2
	RDintantânea (%)	96,4±0,5	96,2±0,5	96,3±0,4
	RD5min (%)	97,8±0,3	97,7±0,3	97,6±0,3
	RD1h (%)	98,1±0,3	97,9±0,3	97,9±0,3
	RD24h (%)	98,3±0,2	98,1±0,3	98,1±0,3
S6	Humidade (%)	4,6±0,2	5,0±0,3	5,3±0,4
	Fe (daN)	17,9±3,0	18,8±2,8	9,5±3,4
	Momento (daN cm)	23,5±3,3	26,3±2,9	25,6±4,2
	Ângulo (°)	26,8±6,5	36,1±8,1	40,7±8,3
	Fc (daN)	77,9±11,2	78,5±12,9	78,7±11,5
	Fr (daN)	7,6±3,4	9,9±3,0	10,2±3,7
	RD Comp/Relax (%)	92,4±1,3	92,5±1,1	92,8±1,1
	RDintantânea (%)	96,6±0,5	96,4±0,5	96,9±0,5
	RD5min (%)	97,5±0,5	97,5±0,4	97,9±0,4
	RD1h (%)	97,8±0,5	97,7±0,4	98,1±0,4
	RD24h (%)	98,1±0,4	98,2±0,4	98,4±0,4

Tabela E. 4 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN cm), ângulo (°), forças de compressão (daN), forças de relaxação (daN) e recuperação diametral (%) das rolhas extraídas ao longo do tempo de monitorização, dos ensaios X e Y.

		X	Y
S1	Humidade (%)	4,3±0,3	4,6±0,3
	Fe (daN)	21,0±2,4	22,5±2,5
	Momento (daN cm)	24,6±3,5	26,6±4,4
	Ângulo (°)	22,9±5,5	20,4±5,0
S3	Humidade (%)	4,6±0,2	-
	Fe (daN)	20,7±2,5	-
	Momento (daN cm)	22,7±4,5	-
	Ângulo (°)	23,3±6,8	-
S6	Humidade (%)	4,2±0,2	4,6±0,2
	Fe (daN)	24,5±2,5	32,6±6,9
	Momento (daN cm)	24,1±4,0	25,3±4,3
	Ângulo (°)	20,8±5,3	25,2±7,3
	Fc (daN)	76,7±12,1	80,4±18,9
	Fr (daN)	7,2±3,9	6,3±5,0
	RD Comp/Relax (%)	92,4±1,8	93,9±2,7
	RD1h (%)	95,2±1,4	95,5±1,0
	RD24h (%)	96,7±1,3	96,7±1,1

Tabela E. 5 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios B, C e D.

		S1/2 vs S1	S1/2 vs S3	S1/2 vs S6	S1 vs S3	S1 vs S6	S3 vs S6
Ensaio B	Humidade (%)	-	-	-	0,001	<0,0001	0,865
	Fe (daN)	0,613	0,002	1,000	0,270	0,034	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,893	0,979	0,876	0,686	1,000	0,661
	Ângulo (°)	0,196					
Ensaio C	Humidade (%)	-	-	-	0,001	<0,0001	0,455
	Fe (daN)	0,329	<0,0001	0,124	<0,0001	1,000	0,002
	Momento (daN cm)	1,000					
	Ângulo (°)	0,194					
Ensaio D	Humidade (%)	-	-	-	0,011	<0,0001	0,001
	Fe (daN)	0,013	<0,0001	1,000	0,131	0,125	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,304					
	Ângulo (°)	0,032	0,990	0,397	0,095	0,650	0,636

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela E. 6 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios G, H e I.

		S1/2 vs S3	S1/2 vs S6	S3 vs S6
Ensaio G	Humidade (%)	-	-	0,377
	Fe (daN)	0,436	0,011	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,504	0,010	0,159
	Ângulo (°)	0,565	0,909	0,326
Ensaio H	Humidade (%)	-	-	0,231
	Fe (daN)	<0,0001	0,902	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,786	0,418	0,819
	Ângulo (°)	0,903	0,022	0,066
Ensaio I	Humidade (%)	-	-	0,008
	Fe (daN)	0,034	<0,0001	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,983	0,957	0,890
	Ângulo (°)	0,972	0,254	0,363

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05)

Tabela E. 7 - Resultados obtidos do valor de p para a humidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em *stock*, para os ensaios X e Y.

		S1 vs S3	S1 vs S6	S3 vs S6
Ensaio X	Humidade (%)	0,034	0,137	<0,0001
	Fe (daN)	1,000	<0,0001	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,117		
	Ângulo (°)	0,162		
Ensaio Y	Humidade (%)	-	0,697	-
	Fe (daN)	-	<0,0001	-
	Momento (daN cm)	-	0,203	-
	Ângulo (°)	-	0,002	-

Tabela E. 8 - Resultados obtidos do valor de p para a umidade (%), forças de extração (daN), momento (daN.cm) e ângulo (°) ao longo do tempo em stock, para os ensaios M, N e O.

		S1/2 vs S1	S1/2 vs S3	S1/2 vs S6	S1 vs S3	S1 vs S6	S3 vs S6
Ensaio M	Humidade (%)	-	-	-	0,055	<0,0001	0,008
	Fe (daN)	1,000	1,000	0,073	0,758	0,168	0,001
	Momento (daN cm)	0,166					
	Ângulo (°)	0,041	0,551	0,983	0,001	0,015	0,777
Ensaio N	Humidade (%)	-	-	-	<0,0001	<0,0001	0,053
	Fe (daN)	1,000	0,095	0,022	0,307	0,005	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,005	0,659	0,820	<0,0001	0,059	0,185
	Ângulo (°)	0,084	0,115	1,000	0,888	0,104	0,164
Ensaio O	Humidade (%)	-	-	-	<0,0001	<0,0001	1,000
	Fe (daN)	<0,0001	<0,0001	0,860	1,000	<0,0001	0,004
	Momento (daN cm)	0,662	0,074	0,843 (0,003	0,988	0,007
	Ângulo (°)	0,300					

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05)

Tabela E. 9 - Resultados obtidos do valor de p para a força de compressão (daN), força de relaxação (daN) e recuperação diametral ao longo do tempo em stock, para os ensaios M, N e O.

		S3 vs S6						
		Compressão (daN)	Relaxação (daN)	RD _{comp/relax} (%)	RD _{instantâneo} (%)	RD _{5min} (%)	RD _{1h} (%)	RD _{24h} (%)
Ensaio M		0,142	0,015	0,004	0,085	0,020	0,012	0,003
Ensaio N		0,002	<0,0001	0,029	0,291	0,134	0,030	0,591
Ensaio O		0,773	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,009	0,039	0,019

Tabela E. 10 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em *stock*, nos Ensaio B, C e D.

S1/2				
			Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio B	Forças de Extração (daN)	Coeficiente de Correlação	0,143	-0,082
		Valor de p	0,406	0,636
		N	36	36
Ensaio B	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,053
		Valor de p		0,757
		N		36
Ensaio B	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação		
		Valor de p		
		N		
Ensaio C	Forças de Extração (daN)	Coeficiente de Correlação	0,280	-0,040
		Valor de p	0,099	0,819
		N	36	36
Ensaio C	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,239
		Valor de p		0,160
		N		36
Ensaio C	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação		
		Valor de p		
		N		
Ensaio D	Forças de Extração (daN)	Coeficiente de Correlação	-0,184	0,002
		Valor de p	0,282	0,991
		N	36	36
Ensaio D	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,044
		Valor de p		0,797
		N		36
Ensaio D	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação		
		Valor de p		
		N		

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 11 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de um mês em *stock*, nos Ensaios B, C e D.

S1					
			Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio B	H inicial (%)	Coeficientes de Correlação	-0,012	-0,108	0,121
		Valor de p	0,961	0,652	0,610
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		0,016	-0,038
Valor de p			0,926	0,828	
N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,242	
	Valor de p			0,154	
	N			36	
Ângulo (°)	Coeficientes de Correlação				
	Valor de p				
	N				
Ensaio C	H inicial (%)	Coeficientes de Correlação	0,262	-0,039	0,093
		Valor de p	0,265	0,871	0,698
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		0,209	0,084
Valor de p			0,221	0,627	
N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,438	
	Valor de p			0,008	
	N			36	
Ângulo (°)	Coeficientes de Correlação				
	Valor de p				
	N				
Ensaio D	H inicial (%)	Coeficientes de Correlação	-0,021	-0,125	0,127
		Valor de p	0,930	0,600	0,594
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		-0,120	0,121
Valor de p			0,486	0,481	
N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			-0,057	
	Valor de p			0,742	
	N			36	
Ângulo (°)	Coeficientes de Correlação				
	Valor de p				
	N				

H₀: Não há relação ($p > 0,05$);

H₁: Há relação ($p < 0,05$).

Tabela E. 12 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, nos Ensaios B, C e D.

		S3				
		Hs3 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	
Ensaio B	Hinicial (%)	Coeficiente de Correlação	0,017	-0,327	0,420	0,204
		Valor de p	0,945	0,160	0,065	0,387
		N	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		0,058	-0,115	0,027
Valor de p			0,807	0,629	0,910	
N			20	20	20	
Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,025	-0,014	
	Valor de p			0,886	0,933	
	N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,291	
	Valor de p				0,085	
	N				36	
Ensaio C	Hinicial (%)	Coeficiente de Correlação	-0,155	-0,100	0,207	0,267
		Valor de p	0,515	0,673	0,381	0,254
		N	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,368	-0,295	-0,501
Valor de p			0,110	0,207	0,024	
N			20	20	20	
Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,139	0,373	
	Valor de p			0,419	0,025	
	N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,216	
	Valor de p				0,205	
	N				36	
Ensaio D	Hinicial (%)	Coeficiente de Correlação	-0,027	-0,183	0,075	0,050
		Valor de p	0,909	0,441	0,754	0,834
		N	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,326	0,301	0,072
Valor de p			0,160	0,197	0,762	
N			20	20	20	
Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,037	-0,254	
	Valor de p			0,832	0,135	
	N			36	36	
Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,192	
	Valor de p				0,261	
	N				36	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 13 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio B.

S6													
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio B	Hs1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,081	0,094	-0,039	-0,062	0,229	0,304	0,443	0,143	0,362	0,332	0,313
		Valor de p	0,735	0,693	0,872	0,794	0,332	0,193	0,050	0,548	0,117	0,152	0,179
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs6 (%)	Coeficiente de Correlação		0,064	0,175	0,374	-0,143	-0,059	0,143	-0,444	-0,196	-0,300	-0,280
		Valor de p		0,788	0,462	0,104	0,547	0,804	0,547	0,050	0,408	0,199	0,232
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,070	0,020	0,078	0,46	-0,134	0,105	0,196	0,082	0,107
		Valor de p			0,683	0,907	0,683	0,011	0,480	0,582	0,299	0,666	0,574
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,488	0,140	-0,152	-0,052	-0,135	-0,264	-0,322	-0,337
		Valor de p				0,003	0,460	0,422	0,785	0,476	0,159	0,083	0,068
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					-0,010	-0,167	0,239	0,028	0,056	-0,089	-0,015	
	Valor de p					0,957	0,379	0,204	0,882	0,768	0,641	0,936	
	N					30	30	30	30	30	30	30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 14 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaios B.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio B	Fc (daN)	0,423	0,329	-0,060	-0,029	0,067	0,069	
	Valor de p	0,020	0,076	0,753	0,878	0,726	0,717	
	N	30	30	30	30	30	30	
	Fr (daN)		0,063	0,155	0,285	0,303	0,316	
	Valor de p		0,739	0,414	0,126	0,103	0,089	
	N		30	30	30	30	30	
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			-0,195	-0,076	0,034	0,031
	Valor de p			0,302	0,690	0,857	0,871	
	N			30	30	30	30	
	RDinstantâneo (%)				0,661	0,657	0,684	
	Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001	
	N				30	30	30	
	RD5min (%)					0,931	0,955	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
	RD1h (%)						0,976	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 15 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio C.

S6													
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio C	Hs1 (%)	Coefficiente de Correlação	-0,250	-0,625	0,362	0,012	-0,067	0,562	-0,345	-0,113	-0,009	0,187	0,162
		Valor de p	0,288	0,003	0,117	0,961	0,780	0,010	0,136	0,635	0,970	0,430	0,495
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	HS6 (%)	Coefficiente de Correlação		0,171	0,192	0,259	-0,059	0,151	0,261	-0,032	0,093	0,142	0,113
		Valor de p		0,471	0,418	0,269	0,803	0,525	0,266	0,895	0,698	0,550	0,636
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coefficiente de Correlação			-0,418	0,155	0,155	-0,241	0,156	-0,178	-0,226	-0,363	-0,239
		Valor de p			0,011	0,367	0,412	0,200	0,410	0,346	0,229	0,048	0,203
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coefficiente de Correlação				0,265	0,019	0,187	0,023	0,013	-0,031	0,154	0,090
		Valor de p				0,118	0,920	0,322	0,903	0,945	0,872	0,416	0,635
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coefficiente de Correlação					0,198	0,256	0,070	-0,100	-0,060	-0,078	-0,051
		Valor de p					0,294	0,173	0,713	0,600	0,751	0,682	0,788
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 16 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaios C.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio C	F _c (daN)	Coeficiente de Correlação	0,133	-0,230	-0,190	-0,155	-0,240	-0,176
		Valor de p	0,483	0,222	0,315	0,414	0,202	0,353
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		-0,108	-0,243	-0,144	-0,025	-0,126
		Valor de p		0,569	0,196	0,448	0,895	0,507
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,044	-0,004	-0,124	-0,126
		Valor de p			0,819	0,983	0,515	0,506
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,871	0,783	0,769
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,903	0,912	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,930	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 17 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio D.

S6												
		HS6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN.cm)	Ângulo (°)	Fr (daN))	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio D	HS1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,351	0,154	0,751	0,063	-0,251	-0,383	-0,125	-0,060	-0,114	-0,116
		Valor de p	0,129	0,517	<0,0001	0,792	0,285	0,095	0,600	0,802	0,633	0,627
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	HS6 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,186	0,395	0,207	0,034	-0,186	0,011	-0,037	-0,042	-0,023
		Valor de p		0,431	0,085	0,381	0,885	0,433	0,964	0,875	0,860	0,923
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,088	0,087	-0,409	-0,056	0,111	0,067	0,104	0,128
		Valor de p			0,611	0,613	0,025	0,769	0,558	0,727	0,583	0,499
		N			36	36	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,02	-0,260	-0,053	-0,013	-0,012	-0,085	-0,101
		Valor de p				0,906	0,165	0,779	0,944	0,951	0,656	0,596
		N				36	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					0,134	0,112	-0,161	-0,023	-0,060	-0,078
		Valor de p					0,480	0,557	0,396	0,905	0,754	0,680
		N					30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 18 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaios D.

			S6				
			RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)
Ensaio D	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação	0,105	-0,103	-0,067	-0,110	-0,072
		Valor de p	0,580	0,588	0,727	0,564	0,705
		N	30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação		0,091	0,127	0,130	0,072
		Valor de p		0,631	0,504	0,493	0,704
		N		30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação			0,890	0,901	0,871
		Valor de p			<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N			30	30	30
	RD5min (%)	Coeficiente de Correlação				0,948	0,918
		Valor de p				<0,0001	<0,0001
		N				30	30
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação					0,975	
	Valor de p					<0,0001	
	N					30	

H₀: Não há relação ($p > 0,05$);

H₁: Há relação ($p < 0,05$).

Tabela E. 19 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em *stock*, nos Ensaios G, H e I.

S1/2				
			Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio G	Forças de Extração (daN)	Coeficiente de Correlação	0,255	0,171
		Valor de p	0,134	0,318
N		36	36	
Ensaio H	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,374
		Valor de p		0,025
N			36	
Ensaio I	FE (daN)	Coeficiente de Correlação	0,113	0,359
		Valor de p	0,513	0,031
N		36	36	
Ensaio I	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,048
		Valor de p		0,782
N			36	
Ensaio I	FE (daN)	Coeficiente de Correlação	-0,173	0,245
		Valor de p	0,312	0,149
N		36	36	
Ensaio I	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		-0,009
		Valor de p		0,959
N			36	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 20 –Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, nos Ensaios G, H e I.

S3						
			Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	
Ensaio G	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	20	20	20	
		Valor de p	0,098	-0,175	0,390	
		N	0,680	0,460	0	
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			36	36
		Valor de p			-0,249	-0,400
		N			0,143	0,016
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				36
		Valor de p				0,261
		N				0,124
Ensaio H	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	-0,102	0,529	-0,214	
		Valor de p	0,667	0,150	0,366	
		N	20	20	20	
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,187	-0,012
		Valor de p			0,275	0,947
		N			36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,403
		Valor de p				0,015
		N				36
Ensaio I	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	0,223	-0,040	0,254	
		Valor de p	0,344	0,866	0,279	
		N	20	20	20	
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,027	0,139
		Valor de p			0,876	0,419
		N			36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,287
		Valor de p				0,090
		N				36

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 21 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio G.

S6													
			Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)
Ensaio G	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	0,055	0,069	-0,152	0,141	-0,364	0,001	0,377	-0,217	-0,214	-0,229	-0,215
		Valor de p	0,817	0,774	0,521	0,552	0,115	0,997	0,101	0,358	0,365	0,349	0,363
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs6 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,011	-0,043	0,310	-0,023	-0,053	0,023	-0,292	-0,382	-0,409	-0,386
		Valor de p		0,963	0,858	0,183	0,924	0,825	0,924	0,212	0,097	0,073	0,093
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,050	-0,150	-0,013	0,345	0,316	-0,392	-0,232	-0,287	-0,271
		Valor de p			0,773	0,383	0,944	0,062	0,089	0,032	0,217	0,124	0,147
		N			36	36	36	36	36	36	36	36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,587	0,009	0,016	-0,140	-0,152	-0,148	-0,148	-0,164
		Valor de p				0,000	0,961	0,934	0,461	0,422	0,436	0,436	0,386
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					-0,121	0,018	-0,057	-0,254	-0,436	-0,388	-0,443	
	Valor de p					0,525	0,925	0,766	0,176	0,016	0,034	0,014	
	N					30	30	30	30	30	30	30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 22 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio G.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio G	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	0,383	0,114	0,242	0,310	0,282	0,253
		Valor de p	0,037	0,548	0,198	0,096	0,131	0,177
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,751	-0,131	-0,029	-0,034	-0,075
		Valor de p		<0,0001	0,489	0,879	0,857	0,693
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			-0,154	-0,059	-0,088	-0,104
Valor de p				0,417	0,756	0,646	0,583	
N				30	30	30	30	
RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,919	0,938	0,922	
	Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001	
	N				30	30	30	
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,965	0,963	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,976	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 23 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio H.

S6													
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio H	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	0,020	-0,222	-0,216	-0,008	-0,097	0,060	0,040	0,307	0,217	0,200	0,126
		Valor de p	0,934	0,347	0,361	0,973	0,685	0,802	0,868	0,189	0,358	0,398	0,598
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs6 (%)	Coeficiente de Correlação		0,294	0,203	0,138	0,296	0,380	-0,126	0,076	0,033	0,031	0,097
		Valor de p		0,208	0,391	0,562	0,205	0,099	0,596	0,751	0,891	0,896	0,685
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,368	0,089	0,117	0,239	-0,082	-0,147	-0,094	-0,133	-0,117
		Valor de p			0,027	0,605	0,539	0,203	0,666	0,438	0,621	0,485	0,539
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,455	-0,166	-0,274	-0,237	-0,317	-0,317	-0,367	-0,297
		Valor de p				0,005	0,381	0,143	0,206	0,088	0,088	0,046	0,111
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					-0,079	-0,146	-0,090	-0,073	-0,045	-0,058	-0,009
		Valor de p					0,678	0,443	0,636	0,702	0,814	0,759	0,964
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 24 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaios H.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio H	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	0,602	-0,313	0,348	0,334	0,348	0,368
		Valor de p	<0,0001	0,092	0,059	0,071	0,060	0,046
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,105	0,143	0,091	0,102	0,110
		Valor de p		0,581	0,450	0,631	0,590	0,561
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			-0,202	-0,198	-0,201	-0,226
		Valor de p			0,285	0,295	0,287	0,230
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,96	0,953	0,931
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,983	0,977	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,982	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 25 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaios I.

		S6											
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio I	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação	-0,349	-0,581	0,329	0,001	-0,125	0,081	0,047	0,038	-0,058	-0,043	-0,072
		Valor de p	0,132	0,007	0,157	0,996	0,598	0,733	0,844	0,872	0,808	0,857	0,763
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs6 (%)	Coeficiente de Correlação		0,145	-0,297	0,206	-0,206	-0,551	-0,499	-0,523	-0,514	-0,481	-0,491
		Valor de p		0,542	0,203	0,384	0,383	0,012	0,025	0,018	0,020	0,032	0,028
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,034	0,317	0,088	-0,148	-0,146	-0,033	-0,057	-0,038	-0,055
		Valor de p			0,845	0,059	0,644	0,435	0,440	0,862	0,763	0,844	0,772
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,185	-0,008	-0,120	-0,224	-0,071	-0,129	-0,177	-0,155
		Valor de p				0,280	0,966	0,526	0,233	0,708	0,497	0,350	0,412
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					0,094	-0,282	-0,320	-0,145	-0,155	-0,220	-0,185
		Valor de p					0,621	0,131	0,085	0,446	0,414	0,243	0,327
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05).

Tabela E. 26 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, nos Ensaio I.

			S6					
			Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)
Ensaio I	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	0,135	-0,172	0,119	0,157	0,092	0,151
		Valor de p	0,477	0,362	0,529	0,406	0,629	0,427
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,780	0,204	0,288	0,275	0,291
		Valor de p		<0,0001	0,278	0,122	0,141	0,118
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,093	0,118	0,133	0,124
		Valor de p			0,624	0,536	0,483	0,513
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,949	0,943	0,931
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,98	0,985	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,991	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 27 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em *stock*, nos Ensaios M, N e O.

<i>S</i> _{1/2}				
			Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio M	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação	0,230	0,042
		Valor de p	0,177	0,808
		N	36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		-0,018
Valor de p			0,919	
N			36	
Ensaio N	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação	0,265	-0,143
		Valor de p	0,118	0,404
		N	36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,147
Valor de p			0,391	
N			36	
Ensaio O	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação	-0,140	0,020
		Valor de p	0,416	0,909
		N	36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação		0,329
Valor de p			0,050	
N			36	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 28 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de um mês em *stock*, nos Ensaios M, N e O.

S1					
			Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio M	Hs1 (%)	Coeficientes de Correlação	-0,046	-0,263	-0,201
		Valor de p	0,848	0,262	0,396
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		-0,203	-0,022
		Valor de p		0,235	0,896
		N		36	36
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,099	
	Valor de p			0,564	
	N			36	
Ensaio N	Hs1 (%)	Coeficientes de Correlação	-0,014	-0,054	-0,023
		Valor de p	0,953	0,821	0,925
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		-0,205	0,073
		Valor de p		0,231	0,674
		N		36	36
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,178	
	Valor de p			0,298	
	N			36	
Ensaio O	Hs1 (%)	Coeficientes de Correlação	0,014	-0,013	-0,238
		Valor de p	0,953	0,957	0,312
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		-0,049	0,035
		Valor de p		0,779	0,838
		N		36	36
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,317	
	Valor de p			0,060	
	N			36	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 29 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em stock, no Ensaio M.

S ₃													
			Hs3 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)
Ensaio M	Hs1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,366	-0,296	0,269	0,140	0,385	-0,458	-0,159	0,097	0,076	0,087	0,191
		Valor de p	0,112	0,206	0,252	0,555	0,094	0,042	0,504	0,685	0,750	0,716	0,420
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,005	0,360	-0,484	0,193	-0,418	-0,216	0,079	0,046	0,122	0,283
		Valor de p		0,985	0,119	0,031	0,415	0,066	0,360	0,740	0,847	0,610	0,227
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,019	-0,117	-0,201	-0,031	-0,066	0,025	-0,066	-0,120	-0,070
		Valor de p			0,913	0,495	0,288	0,871	0,730	0,896	0,728	0,529	0,714
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,046	0,109	-0,385	-0,195	0,111	0,105	0,105	0,136
		Valor de p				0,789	0,565	0,036	0,303	0,559	0,581	0,580	0,472
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					0,142	0,309	-0,059	-0,267	-0,163	-0,226	-0,248
		Valor de p					0,453	0,097	0,755	0,154	0,389	0,230	0,187
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 30 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em stock, no Ensaio M.

		S ₃					
		Fr (daN)	RD _{comp/relax} (%)	RD _{instantâneo} (%)	RD _{5min} (%)	RD _{1h} (%)	RD _{24h} (%)
Ensaio M	F _c (daN)	-0,270	-0,329	0,251	0,281	0,196	0,247
	Coeficiente de Correlação						
	Valor de p	0,149	0,075	0,181	0,133	0,298	0,188
	N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)		0,350	-0,146	-0,085	-0,105	-0,177
	Coeficiente de Correlação						
	Valor de p		0,058	0,441	0,654	0,582	0,350
N		30	30	30	30	30	
RD _{comp/relax} (%)	Coeficiente de Correlação			-0,268	-0,325	-0,320	-0,313
Valor de p				0,152	0,080	0,084	0,092
N				30	30	30	30
RD _{instantâneo} (%)	Coeficiente de Correlação				0,817	0,766	0,710
Valor de p					<0,0001	<0,0001	<0,0001
N					30	30	30
RD _{5min} (%)	Coeficiente de Correlação					0,953	0,924
Valor de p						<0,0001	<0,0001
N						30	30
RD _{1h} (%)	Coeficiente de Correlação						0,941
Valor de p							<0,0001
N							30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 31 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, no Ensaio N.

S3													
		Hs3 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio N	Hs1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,001	-0,364	0,269	0,316	-0,176	-0,174	-0,261	0,055	0,171	0,134	0,248
		Valor de p	0,996	0,115	0,251	0,175	0,458	0,464	0,266	0,818	0,470	0,574	0,291
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,018	-0,142	-0,147	-0,178	0,415	0,320	0,154	0,363	0,331	0,217
		Valor de p		0,940	0,551	0,535	0,452	0,069	0,168	0,517	0,115	0,155	0,357
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,246	0,008	0,081	0,066	-0,122	-0,009	-0,073	-0,019	-0,089
		Valor de p			0,148	0,964	0,671	0,729	0,522	0,963	0,701	0,921	0,639
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,39	-0,149	-0,046	-0,027	-0,044	0,070	0,025	0,087
		Valor de p				0,019	0,431	0,811	0,886	0,815	0,714	0,897	0,648
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					0,231	-0,275	-0,233	0,299	0,337	0,324	0,404	
	Valor de p					0,220	0,141	0,214	0,108	0,069	0,081	0,027	
	N					30	30	30	30	30	30	30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 32 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, no Ensaio N.

		S3						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio N	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	-0,077	-0,266	0,084	0,072	0,079	-0,018
		Valor de p	0,686	0,155	0,660	0,705	0,677	0,923
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,669	-0,203	-0,198	-0,166	-0,209
		Valor de p		<0,0001	0,282	0,295	0,381	0,287
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			-0,285	-0,265	-0,227	-0,168
		Valor de p			0,126	0,158	0,227	0,374
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,911	0,912	0,904
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,962	0,961	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,955	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 33 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, no Ensaio O.

		S3											
		Hs3 (%)	Fe (daN)	Momento (daN.cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio O	Hs1 (%)	Coeficiente de Correlação	-0,168	0,084	0,237	-0,270	-0,203	-0,345	-0,206	-0,276	-0,218	-0,269	-0,306
		Valor de p	0,480	0,725	0,315	0,249	0,391	0,136	0,384	0,238	0,355	0,252	0,190
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		-0,406	0,198	-0,013	0,056	0,238	0,101	-0,027	-0,009	0,113	0,075
		Valor de p		0,075	0,403	0,955	0,813	0,313	0,671	0,911	0,971	0,634	0,753
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			0,116	-0,025	0,011	0,018	-0,070	0,245	0,093	0,102	0,133
		Valor de p			0,502	0,884	0,953	0,924	0,714	0,193	0,624	0,593	0,482
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				-0,123	0,224	-0,069	0,083	0,004	-0,037	-0,052	-0,021
		Valor de p				0,474	0,234	0,719	0,664	0,982	0,847	0,785	0,912
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					0,128	0,029	-0,170	0,229	0,221	0,254	0,291
		Valor de p					0,500	0,877	0,369	0,224	0,241	0,176	0,119
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 34 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, no Ensaio O.

		S3						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio O	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	0,085	-0,094	0,031	0,002	-0,017	-0,013
		Valor de p	0,655	0,622	0,869	0,993	0,930	0,947
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,474	0,034	-0,166	-0,194	-0,191
		Valor de p		0,008	0,858	0,380	0,303	0,311
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,266	0,135	0,090	0,078
		Valor de p			0,155	0,477	0,638	0,681
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,828	0,864	0,855
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,969	0,000	
	Valor de p					<0,0001	0,940	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,970	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 35 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio M.

		S ₆											
		Hs ₆ (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	F _c (daN)	F _r (daN)	RD _{comp/relax} (%)	RD _{instantâneo} (%)	RD _{5min} (%)	RD _{1h} (%)	RD _{24h} (%)	
Ensaio M	Hs ₁ (%)	Coefficiente de Correlação	0,134	0,008	0,057	0,085	-0,137	0,480	0,332	0,188	0,322	0,297	0,292
		Valor de p	0,574	0,972	0,813	0,722	0,565	0,032	0,152	0,428	0,166	0,203	0,212
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs ₆ (%)	Coefficiente de Correlação		-0,411	-0,173	0,159	-0,078	0,050	-0,058	0,188	0,144	0,123	0,085
		Valor de p		0,071	0,466	0,504	0,744	0,834	0,807	0,427	0,546	0,606	0,722
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coefficiente de Correlação			0,267	0,160	0,039	0,29	0,129	0,208	-0,154	-0,233	-0,190
		Valor de p			0,115	0,353	0,839	0,120	0,497	0,271	0,417	0,237	0,313
		N			36	36	30	30	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coefficiente de Correlação				0,484	0,146	-0,040	-0,054	0,105	-0,102	-0,178	-0,166
		Valor de p				0,003	0,442	0,832	0,776	0,582	0,593	0,346	0,379
		N				36	30	30	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coefficiente de Correlação					-0,021	0,230	0,186	0,323	0,186	0,147	0,186
		Valor de p					0,913	0,222	0,324	0,082	0,325	0,439	0,325
		N					30	30	30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 36 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio M.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio M	F _c (daN)	Coeficiente de Correlação	0,040	-0,642	0,176	-0,010	0,018	0,016
		Valor de p	0,832	<0,0001	0,353	0,957	0,924	0,934
		N	30	30	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,500	0,466	0,233	0,214	0,237
		Valor de p		0,005	0,009	0,216	0,257	0,208
		N		30	30	30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,210	0,008	-0,052	-0,030
		Valor de p			0,265	0,968	0,786	0,875
		N			30	30	30	30
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,212	0,109	0,119
		Valor de p				0,262	0,566	0,531
		N				30	30	30
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,960	0,956	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					30	30	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,956	
	Valor de p						<0,0001	
	N						30	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 37 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio N.

		S6											
		HS6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio N	HS1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,243	0,044	-0,103	0,359	-0,104	0,294	-0,228	0,299	0,251	0,268	0,347
		Valor de p	0,302	0,852	0,667	0,120	0,662	0,209	0,334	0,201	0,286	0,253	0,134
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	HS6 (%)	Coeficiente de Correlação		0,078	0,391	-0,019	0,151	0,135	-0,390	-0,012	-0,091	-0,137	-0,174
		Valor de p		0,745	0,089	0,938	0,524	0,572	0,089	0,961	0,703	0,564	0,464
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,264	0,168	-0,133	-0,045	-0,157	-0,040	0,029	-0,032	-0,031
		Valor de p			0,119	0,327	0,484	0,812	0,408	0,838	0,883	0,869	0,874
		N			36	36	30	30	30	29	29	29	29
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				-0,026	0,045	0,066	-0,210	0,013	0,009	-0,007	0,026
Valor de p					0,878	0,815	0,730	0,265	0,947	0,962	0,970	0,895	
N					36	30	30	30	29	29	29	29	
Ângulo (°)	Coeficiente de Correlação					-0,488	-0,001	-0,054	-0,061	-0,047	-0,051	0,075	
	Valor de p					0,006	0,994	0,778	0,754	0,808	0,794	0,701	
	N					30	30	30	29	29	29	29	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 38 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio N.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio N	Fc (daN)	Coeficiente de Correlação	0,157	-0,415	0,005	0,154	0,122	0,045
		Valor de p	0,408	0,023	0,980	0,426	0,529	0,816
		N	30	30	29	29	29	29
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,329	-0,017	-0,055	-0,064	0,005
		Valor de p		0,076	0,931	0,776	0,742	0,981
		N		30	29	29	29	29
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,093	-0,030	-0,076	-0,067
		Valor de p			0,633	0,877	0,696	0,730
		N			29	29	29	29
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,896	0,834	0,839
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				29	29	29
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,954	0,95	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					29	29	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,938	
	Valor de p						<0,0001	
	N						29	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 39 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio O.

		S6											
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio O	Hs1 (%)	Coefficiente de Correlação	0,284	0,130	-0,309	-0,275	-0,228	-0,088	-0,041	-0,216	0,087	-0,336	-0,420
		Valor de p	0,225	0,586	0,184	0,241	0,333	0,711	0,865	0,360	-0,392	0,147	0,065
		N	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Hs6 (%)	Coefficiente de Correlação		-0,358	0,157	0,049	-0,178	-0,174	0,048	-0,142	0,088	0,186	-0,018
		Valor de p		0,121	0,507	0,839	0,453	0,464	0,839	0,549	0,713	0,432	0,939
		N		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coefficiente de Correlação			-0,239	-0,410	-0,130	-0,056	-0,072	-0,062	-0,127	-0,130	-0,165
		Valor de p			0,160	0,013	0,494	0,768	0,705	0,751	0,510	0,500	0,392
		N			36	36	30	30	30	29	29	29	29
	Momento (daN cm)	Coefficiente de Correlação				0,276	-0,113	-0,357	-0,082	0,314	0,354	0,371	0,139
		Valor de p				0,103	0,551	0,053	0,665	0,097	0,060	0,047	0,473
		N				36	30	30	30	29	29	29	29
Ângulo (°)	Coefficiente de Correlação					-0,023	0,322	0,301	0,158	0,214	0,256	0,204	
	Valor de p					0,902	0,082	0,106	0,414	0,265	0,181	0,288	
	N					30	30	30	29	29	29	29	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 40 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio O.

		S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RDinstantâneo (%)	RD5min (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio O	F _c (daN)	Coeficiente de Correlação	0,27	-0,064	0,194	0,256	0,226	0,279
		Valor de p	0,148	0,736	0,313	0,180	0,239	0,143
		N	30	30	29	29	29	29
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		0,529	-0,086	-0,061	-0,059	-0,029
		Valor de p		0,003	0,656	0,751	0,762	0,881
		N		30	29	29	29	29
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			-0,090	-0,163	-0,126	-0,105
		Valor de p			0,642	0,398	0,514	0,588
		N			29	29	29	29
	RDinstantâneo (%)	Coeficiente de Correlação				0,910	0,908	0,813
		Valor de p				<0,0001	<0,0001	<0,0001
		N				29	29	29
RD5min (%)	Coeficiente de Correlação					0,989	0,815	
	Valor de p					<0,0001	<0,0001	
	N					29	29	
RD1h (%)	Coeficiente de Correlação						0,818	
	Valor de p						<0,0001	
	N						29	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 41 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de meio mês em *stock*, nos Ensaios X e Y.

S1					
			Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)
Ensaio X	HS1 (%)	Coeficientes de Correlação	-0,065	0,161	-0,276
		Valor de p	0,791	0,511	0,253
		N	19	19	19
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		-0,295	0,027
		Valor de p		0,081	0,874
		N		36	36
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,109	
	Valor de p			0,527	
	N			36	
Ensaio Y	HS1 (%)	Coeficientes de Correlação	-0,016	0,091	0,383
		Valor de p	0,946	0,702	0,096
		N	20	20	20
	Fe (daN)	Coeficientes de Correlação		0,055	-0,049
		Valor de p		0,752	0,777
		N		36	36
Momento (daN cm)	Coeficientes de Correlação			0,509	
	Valor de p			0,002	
	N			36	

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 42 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de três meses em *stock*, no Ensaio X.

S3						
		Hs3 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	
Ensaio X	Hs1 (%)	Coeficiente de Correlação	0,234	-0,358	-0,225	-0,281
		Valor de p	0,334	0,132	0,355	0,245
		N	19	19	19	19
	Hs3 (%)	Coeficiente de Correlação		0,057	-0,278	-0,047
		Valor de p		0,811	0,235	0,844
		N		20	20	20
	Fe (daN)	Coeficiente de Correlação			-0,025	0,210
		Valor de p			0,886	0,220
		N			36	36
	Momento (daN cm)	Coeficiente de Correlação				0,687
		Valor de p				<0,0001
		N				36

H₀: Não há relação ($p > 0,05$);

H₁: Há relação ($p < 0,05$)

Tabela E. 43 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio X.

		S6									
		Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio X	Hs1 (%)	Coefficiente de Correlação	0,125	0,268	0,218	0,019	-0,322	-0,065	-0,241	-0,568	-0,389
		Valor de p	0,609	0,268	0,371	0,939	0,179	0,792	0,320	0,087	0,267
		N	19	19	19	19	19	19	19	19	19
	Hs6 (%)	Coefficiente de Correlação		0,213	-0,021	-0,178	-0,009	-0,227	0,047	0,486	0,345
		Valor de p		0,367	0,930	0,452	0,972	0,335	0,844	0,154	0,329
		N		20	20	20	20	20	20	20	20
	Fe (daN)	Coefficiente de Correlação			0,288	0,430	-0,139	-0,026	0,146	0,103	0,297
		Valor de p			0,088	0,009	0,464	0,891	0,442	0,777	0,405
		N			36	36	30	30	30	30	30
	Momento (daN cm)	Coefficiente de Correlação				0,486	0,086	-0,122	-0,015	-0,685	-0,564
		Valor de p				0,003	0,652	0,522	0,937	0,029	0,090
		N				36	30	30	30	30	30
	Ângulo (°)	Coefficiente de Correlação					0,095	0,008	0,219	0,234	0,025
		Valor de p					0,617	0,965	0,246	0,515	0,946
		N					30	30	30	30	30

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 44 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio X.

S6						
		Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RD1h (%)	RD24h (%)	
Ensaio X	F _c (daN)	Coeficiente de Correlação	0,283	0,054	-0,115	-0,224
		Valor de p	0,130	0,777	0,751	0,533
		N	30	30	30	30
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		-0,043	-0,085	-0,073
		Valor de p		0,824	0,815	0,841
		N		30	30	30
	RDcomp/relax (%)	Coeficiente de Correlação			0,673	0,794
		Valor de p			0,033	0,006
		N			30	30
	RD1h (%)	Coeficiente de Correlação				0,830
		Valor de p				0,003
		N				30

H₀: Não há relação ($p > 0,05$);

H₁: Há relação ($p < 0,05$)

Tabela E. 45 - Resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio Y.

S6											
			Hs6 (%)	Fe (daN)	Momento (daN cm)	Ângulo (°)	Fc (daN)	Fr (daN)	RDcomp/relax (%)	RD1h (%)	RD24h (%)
Ensaio Y	Hs1 (%)	Coefficiente de Correlação	0,462	-0,165	-0,166	0,028	-0,227	-0,319	0,100	-0,139	0,419
		Valor de p	0,041	0,488	0,484	0,907	0,527	0,370	0,783	0,701	0,229
		N	20	20	20	20	10	10	10	10	10
	Hs6 (%)	Coefficiente de Correlação		-0,150	-0,278	-0,139	-0,314	-0,556	0,057	-0,115	0,115
		Valor de p		0,529	0,236	0,560	0,376	0,095	0,876	0,752	0,753
		N		20	20	20	10	10	10	10	10
	Fe (daN)	Coefficiente de Correlação			0,124	0,010	0,631	0,570	-0,338	-0,273	-0,118
		Valor de p			0,472	0,952	0,050	0,085	0,339	0,446	0,746
		N			36	36	10	10	10	10	10
	Momento (daN cm)	Coefficiente de Correlação				0,407	0,022	0,406	0,119	0,490	0,520
		Valor de p				0,014	0,952	0,245	0,744	0,150	0,124
		N				36	10	10	10	10	10
	Ângulo (°)	Coefficiente de Correlação					0,323	0,235	0,056	0,505	0,759
		Valor de p					0,362	0,514	0,877	0,137	0,011
		N					10	10	10	10	10

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 46 – Continuação dos resultados obtidos do coeficiente de correlação e do valor de p para relação entre as variáveis ao fim de seis meses em *stock*, no Ensaio Y.

		S ₆				
		Fr (daN)	RD _{comp/relax} (%)	RD _{1h} (%)	RD _{24h} (%)	
Ensaio Y	F _c (daN)	Coeficiente de Correlação	0,569	-0,634	0,023	-0,030
		Valor de p	0,086	0,049	0,949	0,935
		N	10	10	10	10
	Fr (daN)	Coeficiente de Correlação		-0,433	0,123	0,167
		Valor de p		0,211	0,734	0,644
		N		10	10	10
	RD _{comp/relax} (%)	Coeficiente de Correlação			0,192	0,343
		Valor de p			0,595	0,332
		N			10	10
	RD _{1h} (%)	Coeficiente de Correlação				0,714
		Valor de p				0,020
		N				10

H₀: Não há relação (p>0,05);

H₁: Há relação (p<0,05)

Tabela E. 47 - Comparação entre os Ensaios B, C e D para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em stock.

		Ensaio B vs C	Ensaio B vs D	Ensaio C vs D
S0,5	Fe (daN)	0,256		
	Momento (daN cm)	0,326		
	Ângulo (°)	0,724	<0,0001	<0,0001
S1	Hinicial (%)	0,003	0,009	1,000
	Fe (daN)	0,764		
	Momento (daN cm)	0,193		
S3	Ângulo (°)	0,392	<0,0001	<0,0001
	Hs3 (%)	0,920		
	Fe (daN)	0,569		
S6	Momento (daN cm)	0,305		
	Ângulo (°)	0,413	0,025	<0,0001
	Hs6 (%)	0,740	<0,0001	0,006
S6	Fe (daN)	0,006	0,888	0,023
	Momento (daN cm)	0,894		
	Ângulo (°)	0,870	<0,0001	<0,0001
	Compressão (daN)	0,372		
	Relaxação (daN)	0,684		
	RD Comp/Relax (%)	0,129		
	RDintantânea (%)	0,502	0,361	0,038
	RD5min (%)	0,482	0,215	0,015
	RD1h (%)	0,304		
	RD24h (%)	0,417		

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela E. 48 - Comparação entre os Ensaios G, H e I para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em stock.

		Ensaio G vs H	Ensaio G vs I	Ensaio H vs I
S0,5	Fe (daN)	0,080	0,847	0,020
	Momento (daN cm)	0,905	0,118	0,263
	Ângulo (°)	0,023	0,008	<0,0001
S3	Hs3 (%)	0,002	1,000	<0,0001
	Fe (daN)	0,418		
	Momento (daN cm)	1,000	0,529	0,539
	Ângulo (°)	0,321	<0,0001	<0,0001
	Hs6 (%)	0,014	0,146	<0,0001
	Fe (daN)	0,717		
S6	Momento (daN cm)	0,475	0,479	1,000
	Ângulo (°)	0,875	<0,0001	<0,0001
	Compressão (daN)	0,056		
	Relaxação (daN)	0,997	0,843	0,804
	RD Comp/Relax (%)	0,075		
	RDintantânea (%)	0,998	0,012	0,014
	RD5min (%)	0,999	0,061	0,057
	RD1h (%)	1,000	0,027	0,025
	RD24h (%)	0,958	0,009	0,019

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05).

Tabela E. 49 - Comparação entre os Ensaio M, N e O para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em stock.

		Ensaio M vs N	Ensaio M vs O	Ensaio N vs O	
S _{0,5}	Fe (daN)	0,090	0,035	<0,0001	
	Momento (daN cm)	0,001	0,018	1,000	
	Ângulo (°)	<0,0001	<0,0001	0,389	
S ₁	Hinicial (%)	0,174			
	Fe (daN)	0,174	<0,0001	0,039	
	Momento (daN cm)	0,456			
	Ângulo (°)	0,982	0,001	<0,0001	
S ₃	Hs ₃ (%)	0,005	<0,0001	0,003	
	Fe (daN)	0,008	0,130	0,995	
	Momento (daN cm)	0,103	0,012	0,670	
	Ângulo (°)	0,104			
	Compressão (daN)	0,179	0,187	0,002	
	Relaxação (daN)	0,116			
	RD Comp/Relax (%)	0,187			
	RDintantânea (%)	0,337			
	RD5min (%)	0,185			
	RD1h (%)	0,071			
	RD24h (%)	0,014	0,034	0,937	
	S ₆	Hs ₆ (%)	<0,0001	<0,0001	0,181
		Fe (daN)	0,104		
Momento (daN.cm)		0,003	0,034	0,686	
Ângulo (°)		<0,0001	<0,0001	0,077	
Compressão (daN)		0,931			
Relaxação (daN)		0,031	0,012	0,928	
RD Comp/Relax (%)		0,523			
RDintantânea (%)		0,109	0,058	<0,0001	
RD5min (%)		0,979	0,004	0,003	
RD1h (%)	0,562	0,026	0,001		
RD24h (%)	0,527	0,010	0,144		

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05)

Tabela E. 50 - Comparação entre os Ensaio X e Y para todos os parâmetros físico-mecânicos ao longo do tempo em *stock*.

		Ensaio X vs Y
S1	Hinicial (%)	0,005
	Fe (daN)	0,014
	Momento (daN.cm)	0,040
	Ângulo (°)	0,053
S6	Hs6 (%)	<0,0001
	Fe (daN)	<0,0001
	Momento (daN cm)	0,231
	Ângulo (°)	0,003
	Compressão (daN)	0,474
	Relaxação (daN)	0,569
	RD Comp/Relax (%)	0,246
	RD1h (%)	0,669
RD24h (%)	0,909	

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferença (p<0,05)

Anexo F: Estudo da variação da Humidade em diversas Embalagens ao longo do tempo

De modo a avaliar o impacto das condições ambientais ao longo do tempo, em rolhas armazenadas, desenhou-se um ensaio que consistiu em colocar 15000 rolhas do mesmo lote, 45x24 N101, em três tipos de embalagens, rafia, rafia-plástico e plástico.

Este estudo teve como objetivo analisar qual o tipo de embalagem permite uma maior conservação da humidade nas rolhas ao longo do tempo. Foram controladas as humidades iniciais, ao fim de uma semana e um, dois, três e quatro meses para cada tipo de embalagem. Os resultados valores obtidos da média e desvio padrão da humidade para cada tipo de embalagem encontra-se na Tabela F.1 e na Figura F.1 encontra-se representada a comparação da humidade das rolhas nos diferentes tipos de embalagem.

Tabela F. 1 - Resultados da média e desvio padrão da humidade (%) para cada tipo de embalagem ao longo tempo.

	H _{inicial}	H _{1semana}	H _{1mês}	H _{2meses}	H _{3meses}	H _{4meses}
Ráfia	6,6±0,9	6,3±0,6	4,6±0,2	5,3±0,5	4,6±0,3	4,6±0,3
Ráfia-Plástico	6,7±0,7	6,5±0,7	5,6±0,5	6,4±0,5	5,6±0,6	6,0±0,8
Plástico	6,6±0,8	6,2±0,6	5,6±0,7	6,2±0,6	5,7±0,6	6,2±0,6

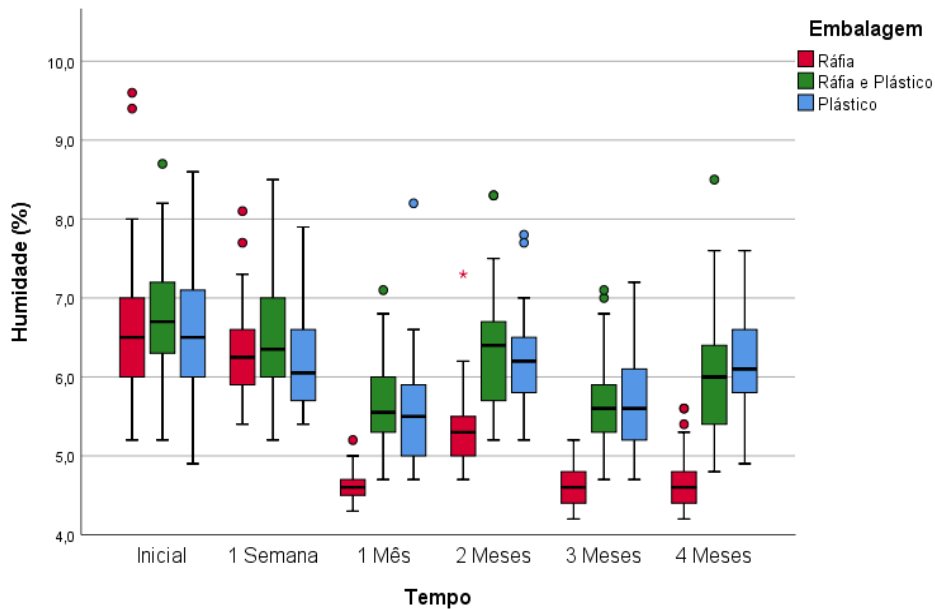


Figura F. 1 - Comparação da humidade das rolhas nos diferentes tipos de embalagem ao longo do tempo.

Como se pode observar na Figura F.1 os valores de humidade variam ao longo do tempo, embora só haja uma modificação significativa ao fim de um mês. No fim desse período a humidade foi superior nos sacos de rafia-plástico e plástico em comparação com o de rafia.

Foi avaliada a significância da variação da humidade por cada tipo de embalagem ao longo dos períodos de monitorização definidos. Os resultados obtidos encontram-se nas Tabelas F.2 e F.3.

Tabela F. 2 - Resultados obtidos do valor de p da humidade para cada tipo de embalagem ao longo tempo.

		Rafia	Rafia-Plástico	Plástico
Humidade (%)	Inicial vs 1 semana	1,000	1,000	0,137
	Inicial vs 1 mês	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Inicial vs 2 meses	<0,0001	0,582	0,110
	Inicial vs 3 meses	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Inicial vs 4 meses	<0,0001	<0,001	0,202
	1 semana vs 1 mês	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	1 semana vs 2 meses	0,0001	1,000	1,000
	1 semana vs 3 meses	<0,0001	<0,0001	0,005
	1 semana vs 4 meses	<0,0001	0,078	1,000
	1 mês vs 2 meses	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	1 mês vs 3 meses	1,000	1,000	1,000
	1 mês vs 4 meses	1,000	0,054	<0,0001
	2 meses vs 3 meses	<0,0001	<0,0001	0,007
	2 meses vs 4 meses	<0,0001	0,390	1,000
	3 meses vs 4 meses	1,000	0,097	0,003

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Tabela F. 3 - Resultados obtidos do valor de p entre os diferentes tipos de embalagem.

		H _{inicial} (%)	H _{1semana} (%)	H _{1mês} (%)	H _{2meses} (%)	H _{3meses} (%)	H _{4meses} (%)
Embalagem	Rafia vs Rafia-Plástico	0,378	0,204	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Rafia vs Plástico			<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001
	Rafia-Plástico vs Plástico			1,000	0,842	1,000	0,984

H₀: Não há diferenças (p>0,05);

H₁: Há diferenças (p<0,05).

Analisando os resultados da Tabela F.2 verifica-se que os valores de humidade ao fim de uma semana não são significativamente diferentes dos iniciais (p>0,05), para todas as embalagens, enquanto que ao fim de um mês a humidade é significativamente diferente da inicial (p<0,05) para todas as embalagens, observando valores de humidade mais reduzidos, ou seja, rolhas mais

secas. A humidade das rolhas na embalagem r fia apresenta diferen as significativas ao longo dos quatro meses, enquanto a embalagem r fia e pl stico s  apresenta diferen as ao fim de um, tr s e quatro meses. Por seu lado a embalagem de pl stico apresenta varia  o significativa ao fim de um e tr s meses. Na Tabela F.3 observa-se que os valores obtidos das humidades da embalagem r fia pl stico e da embalagem pl stico, ao fim de um, dois, tr s e quatro meses, s o diferentes da embalagem de r fia. Isto significa que a partir de um m s do embalamento a embalagem pl stico leva a que a rolha retenha mais da sua humidade inicial.

As diferen as encontradas nos resultados de humidade nos diferentes tipos de embalagem podem estar relacionadas com diversos fatores, como o material da embalagem. Em rela  o ao material da embalagem, o saco de pl stico em estudo   um material menos perme vel do que a r fia, o que dever  ter contribuído para que as rolhas percam menos humidade, em fun  o das condi  es ambientais. As condi  es ambientais da zona de expedi  o foram controladas ao longo do tempo e os resultados obtidos encontram-se representados na Figura F.2. Na Figura F.2 observa-se que no tempo decorrido entre o fim do primeiro m s e o fim do estudo houve uma diminui  o da humidade relativa e um aumento da temperatura, o que poder  justificar a varia  o da humidade nas rolhas em compara  o com a inicial, atendendo   sua natureza higrosc pica, que leva a que humidade relativa varie inversamente com o aumento da temperatura [38].

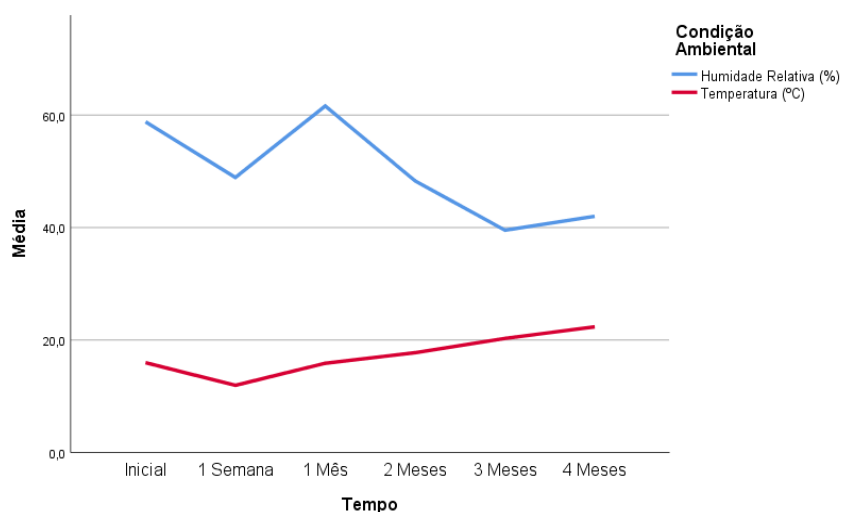


Figura F. 2 - Representa  o da Temperatura e Humidade Relativa a que as diferentes embalagens estiveram sujeitas (m dias).

Com base nestes resultados, pode-se afirmar que a embalagem que permite que as rolhas mantenham mais humidade em condi  es ambientais desfavor veis seria a de pl stico. Esta embalagem permite tamb m uma valoriza  o de res duos, dado que o saco que se est  a testar

é valorizado no final da sua utilização, isto é, poderá ser incorporado em novos produtos, diminuindo assim a quantidade de resíduos gerados. Enquanto que a embalagem rafia no final da sua utilização irá para aterro. Apesar dos resultados serem promissores em relação à humidade na embalagem plástico, há que considerar o manuseamento industrial e transporte é desfavorável devido à presença de ar acumulado no seu interior.

Este ensaio vai decorrer até aos seis meses, uma vez que este é o tempo máximo aconselhado para o período de *stockagem* das rolhas em embalagem. Como trabalho futuro seria importante realizar o mesmo estudo durante doze meses, de modo a avaliar o impacto das condições ambientais ao longo de todo o ano.