



Universidade de Aveiro
Departamento de Química
2021

Mariana Filipa
Martins Noruegas

Controlo de Qualidade de Rolhas de Cortiça



Universidade de Aveiro
2021

**Mariana Filipa
Martins Noruegas**

Controlo de Qualidade de Rolhas de Cortiça

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 do Doutor Mário Manuel Quialheiro Simões, Professor Auxiliar do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e coorientação da Dra. Luísa Nero, gerente da empresa *PrecisionElite e da* Engenheira Ana Rios.

Dedico este trabalho à minha família e ao meu namorado pelo incansável apoio.

o júri

presidente

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

Professora Doutora Maria Tereza Seabra dos Reis Gomes
Professora Associada do Departamento de Química, Universidade de Aveiro

Professor Doutor Mário Manuel Quilheiro Simões
Professor Auxiliar do Departamento de Química, Universidade de Aveiro

agradecimentos

Gostaria de prestar agradecimento a todos os que de alguma forma contribuíram para a realização da minha dissertação.

Ao meu orientador, o Professor Doutor Mário Simões, pela disponibilidade prestada e orientação na realização da minha dissertação.

Aos gerentes da *PrecisionElite*, Dra. Luísa Nero e Sr. João Coelho, pela oportunidade de aprendizagem que me proporcionaram.

À Engenheira Ana Rios, por todo o conhecimento transmitido e pelo apoio e disponibilidade para desenvolver este trabalho.

A todos os trabalhadores da *PrecisionElite* por me terem acolhido tão bem e me terem transmitido os seus ensinamentos.

À minha família, em especial aos meus pais e à minha irmã, pelo apoio incondicional, paciência e motivação ao longo da vida, especialmente nestes últimos 5 anos.

Um agradecimento especial ao meu namorado, Diogo, pelo apoio e incentivo nesta etapa tão importante para mim.

E por último, mas não menos importantes, aos meus amigos pela amizade, paciência e pelos momentos de companheirismo ao longo destes anos.

palavras-chave

Rolhas de cortiça; controlo de qualidade das rolhas de cortiça; 2,4,6-Tricloroanisol (TCA); cromatografia gasosa; SPME; *PrecisionElite*.

resumo

A cortiça é um material de origem vegetal e 100% natural que possui características únicas, o que a torna num dos maiores vedantes para o setor vinícola. As rolhas de cortiça, devem sofrer um processo de controlo de qualidade de forma que todo o setor corticeiro possa cumprir com os mesmos requisitos nos vários processos e evitar possíveis contaminações que as rolhas possam transmitir ao vinho. Para isso são efetuados ensaio físico-químicos e mecânicos, através da medição do seu comprimento, diâmetro, ovalidade, massa volúmica, teor de peróxidos, teor de humidade, quantificação de TCA, determinação de capilaridade, determinação da força de extração, do teor de sólidos, da determinação da resistência à água fervente, determinação da estanquicidade, recuperação dimensional e determinação da absorção. São também realizados ensaios a nível da análise sensorial das mesmas. Este estudo foi desenvolvido na empresa PrecisionElite, que realiza todo o processo após a compra das rolhas. Esta empresa efetua a marcação e o tratamento das rolhas, para posteriormente serem entregues ao cliente, respeitando as normas impostas pelo CIPR, bem como o desejo dos mesmos. Este trabalho tem como objetivo o estudo do processo de controlo de qualidade das rolhas de cortiça, de forma a verificar que lotes respeitam ou não as especificações impostas no setor corticeiro. No final deste trabalho foi efetuada uma análise detalhada dos resultados dos ensaios de controlo de qualidade de forma a concluir quais os fornecedores da empresa que apresentam uma maior taxa de rolhas conformes.

keywords

Cork stoppers; quality control of cork stoppers; 2,4,6-Trichloroanisole (TCA); gas chromatography; SPME; *PrecisionElite*.

abstract

Cork is a material of vegetable origin and 100% natural which has unique characteristics, making it one of the greatest closures for the wine industry. Cork stoppers must go through a quality control process in order to equal the entire cork sector as well as to avoid possible contamination of the wine. For this, physicochemical tests are carried out, by measuring its length, diameter, ovality, density, peroxides content, humidity content, TCA quantification, capillary determination, extraction force determination, solids content determination, boiling water determination, tightness determination, dimensionless recovery and absorption determination. Tests are also carried out in terms of their sensory analysis. This study was developed at PrecisionElite company, which performs the entire process after purchasing the raw stoppers. It performs the marking and the treatment of the stoppers, that are delivered to the customer, respecting the rules imposed by the CIPR, as well as the desire of each customer. This work aims to study the cork stoppers quality control process, in order to verify which batches respect or not the specifications imposed by the cork sector. At the end of this work, a detailed analysis of the results of the quality control tests was carried out in order to conclude which of the company's suppliers present a higher rate of compliant stoppers.

Índice

Lista de Figuras	ix
Lista de Tabelas.....	xii
Acrónimos	xii
Nomenclatura	xii
Capítulo 1: Introdução.....	1
1.1. Enquadramento e objetivo do trabalho	1
1.2. Cortiça	1
1.2.1. Estrutura da Cortiça.....	2
1.2.2. Propriedades da cortiça	2
1.3. Descortiçamento.....	3
1.3.1. Processo de descortiçamento.....	3
1.4. Rolhas de cortiça	5
1.4.1. Rolhas naturais	5
1.4.2. Rolhas técnicas	9
1.4.3. Outras rolhas	10
1.5. A cortiça e os principais contaminantes.....	12
2,3,4,6 – Tetracloroanisol (TeCA).....	13
Pentacloroanisol (PCA).....	14
2,4,6 – Tribromoanisol (TBA)	14
2,4,6- Tricloroanisol (TCA).....	14
Capítulo 2: A Empresa	17
2.1. PrecisionElite	17
2.2. Rolhas produzidas pela PrecisionElite	17
2.2.1. Rolhas naturais	17
2.2.2. Rolhas Técnicas	18
2.2.3. Rolhas micro	18
2.2.4. Rolha Bartop (capsuladas)	18
2.2.5. Rolha de champanhe	19
Capítulo 3: Controlo de qualidade das rolhas de cortiça.....	20
3.1. Descrição dos ensaios efetuados	21
3.1.1. Determinação das dimensões (comprimento e diâmetro) e ovalidade.....	21
3.1.2. Determinação da massa e da massa volúmica aparente	22
3.1.3. Determinação do teor de humidade.....	24
3.1.4. Determinação do teor de peróxidos.....	24
3.1.5. Quantificação dos cloroanisóis	26
3.1.6. Determinação de capilaridade	28
3.1.7. Determinação da estanquicidade/comportamento à vedação líquida.....	28
3.1.8. Determinação do teor de Resíduos Sólidos (quantificação de poeiras)	29
3.1.9. Determinação da resistência à água fervente	30
3.1.10. Controlo das classes visuais	30
3.1.11. Determinação da recuperação dimensional após compressão	31
3.1.12. Determinação da absorção	32
3.1.13. Descrição do procedimento do ensaio mecânico de determinação da força de extração.....	33
3.1.14. Descrição do procedimento de análise sensorial.....	33
Capítulo 4: Tratamento dos resultados.....	35
4.1. Ensaio Realizados.....	35
4.1.1. Determinação das dimensões e ovalidade.....	35
4.1.2. Determinação da massa e da massa volúmica aparente	38
4.1.3. Determinação do teor de humidade.....	39
4.1.4. Determinação do teor de peróxidos.....	40
4.1.5. Quantificação dos cloroanisóis (TCA).....	41

4.1.6. Determinação da resistência à água fervente	42
4.1.7. Análise sensorial	43
4.1.8. Determinação da capilaridade	43
4.1.9. Determinação da Força de extração	44
4.1.10. Determinação da estanquicidade/ comportamento à vedação líquida.....	46
4.1.11. Determinação de Resíduos Sólidos (Quantificação de Poeiras)	46
4.1.12. Determinação da recuperação dimensional após compressão	47
4.1.13. Determinação da absorção	48
Capítulo 5: Conclusão	49
Bibliografia	51
Anexo A : Tabela de amostragem.....	57
Anexo B: Ficha de prova da análise sensorial	58

Lista de Figuras

Figura 1:Pranchas de cortiça.	1
Figura 2:Estrutura celular da cortiça vista através de um microscópio.	2
Figura 3:Abrir o sobreiro.	3
Figura 4:Separar a cortiça do tronco do sobreiro.	4
Figura 5:Traçar da cortiça.	4
Figura 6:Retirar a cortiça.	4
Figura 7:Descalçar o sobreiro.	4
Figura 8: Marcação do sobreiro.	4
Figura 9: Rolha natural.....	5
Figura 10: Cozedura das pranchas.	6
Figura 11:Rolha à esquerda sem chanfrado, rolha à direita chanfrada.	7
Figura 12:Rolha bartop à esquerda com boleamento e a rolha à direita chanfrada.	7
Figura 13: Mancha amarela.....	7
Figura 14: Cobilha.	7
Figura 15: Bicho.....	7
Figura 16: Verdura.	7
Figura 17: Ano Seco.	7
Figura 18: Prego.....	7
Figura 19: Costa.	7
Figura 20: Barriga.	7
Figura 21: Caleira.....	7
Figura 22: Fenda.	7
Figura 23: A rolha à esquerda apresenta ovalização.....	7
Figura 24: Repasse.	7
Figura 25:Rolhas revestidas de cores diferentes e a rolha à direita encontra-se em cru.	8
Figura 26:Topos das rolhas revestidas e topo de rolha em cru, à direita.	8
Figura 27: Rolha natural.....	8
Figura 28: Rolha colmatada.	8
Figura 29:Rolha 1+1.	9
Figura 30:Rolha de champanhe (2+0).....	9
Figura 31:Diferentes tipos de rolhas de champanhe e de vinho espumante.	10
Figura 32:Rolha aglomerada.....	11
Figura 33:Rolha micro aglomerada.....	11
Figura 34:Diferentes tipos de rolhas capsuladas.....	11
Figura 35:Lógotipo da empresa PrecisionElite.	17
Figura 36:Rolha natural.....	17
Figura 37:Rolha Natural Water Precision.	17
Figura 38:Rolha natural Colm Water Precision.	17
Figura 39:Rolha 1+1.	18
Figura 40:Rolha 1+1 MC.	18
Figura 41:Rolha MicroElite.	18
Figura 42: Rolha Micro Precision.	18
Figura 43:Rolha Micro PE.	18
Figura 44: Rolhas Capsuladas.....	18
Figura 45:Rolha de champanhe.....	19
Figura 46:Roda de odores da cortiça.....	12
Figura 47: Anisol (A); Haloanisóis (A1,A2,A3) ²²	12
Figura 48:Fenol (B); Halofenóis (B1,B2,B3) ²²	12
Figura 49:Proposta de mecanismos para se obter o 2,4,6-TCA nas rolhas. I-Catabolismo de compostos com muito cloro na sua composição, como é o caso do PCP, 2,3,4,6-TeCP, hexaclorobenzeno e o hexaclorociclobenzeno. II-Desalogenação de anisóis com muito cloro na sua composição, como é o caso do 2,3,4,6-TeCA. III-Síntese por halogenação de anisóis. IV- Cloração na presença de hipoclorito de sódio seguido de biometilação do fenol. V-Síntese direta por biometilação do 2,4,6-TCP.	15
Figura 50: Mecanismo de formação de TCA através da O-metilação de TCP promovida pela COPMT.	16
Figura 51: Medição referente a d ₁ , com os anéis de crescimento paralelos às hastes do paquímetro.	21

Figura 52: Medição referente a d_2 com os anéis de crescimento na perpendicular em relação às hastes do paquímetro.	21
Figura 53: Medcork.....	23
Figura 54: Interior do Medcork.....	23
Figura 55:Aqua-Boy.	24
Figura 56: Ensaio de determinação de peróxidos.	25
Figura 57: Kit de determinação do teor de peróxidos.	25
Figura 58: Esquema de como se efetua o ensaio da quantificação dos cloroanisóis.	26
Figura 59: Cromatografo gasoso utilizado.....	27
Figura 60: Cromatograma de rolha colmatada chanfrada 38 x24 com TCA.	27
Figura 61: Cromatograma de rolha natural flor 45x24 sem TCA.	27
Figura 62: Ensaio da capilaridade.	28
Figura 63: Resultado do ensaio da capilaridade sem progressão externa.	28
Figura 64:Resultado do ensaio da capilaridade com progressão externa.....	28
Figura 65: Engarrafadora automática.....	28
Figura 66: Árvore de vedação.....	29
Figura 67: Faca rolheira. (Burro).....	29
Figura 69: Fuga pela parte interior.....	29
Figura 68: Fuga pela parte exterior.	29
Figura 70: Etapas do ensaio da determinação do teor de resíduos.....	30
Figura 71:Ensaio de resistência à água fervente.	30
Figura 72: 1ºrolha da esquerda para a direita é flor,2ºextra,3ºsuperior.....	31
Figura 73: Ensaio de recuperação dimensional.....	32
Figura 74:Procedimento do ensaio de determinação de absorção das rolhas micro.	32
Figura 75:Máquina de engarrafar automático.....	33
Figura 76:Máquina da força de extração em movimento.....	33
Figura 77:Snifing efetuado através do macerado.....	34
Figura 78:Snifing através de uma máquina.....	34
Figura 79:Gráficos do ensaio de comprimento das rolhas naturais.	35
Figura 80:Gráficos do ensaio do diâmetro médio das rolhas naturais.	36
Figura 81: Gráficos do ensaio da ovalidade das rolhas naturais.	36
Figura 82:Gráficos do ensaio de comprimento das rolhas micro/aglomerados.	36
Figura 83:Gráficos do ensaio do diâmetro médio nas rolhas micro/aglomerado.....	37
Figura 84:Gráficos do ensaio de ovalidade das rolhas micro/aglomerado.	37
Figura 85:Gráfico do ensaio de comprimento das rolhas 1+1 MC.....	37
Figura 86: Gráfico do ensaio do diâmetro médio das rolhas 1+1 MC.....	37
Figura 87: Gráfico do ensaio de ovalidade das rolhas 1+1 MC.....	37
Figura 88: Gráficos referentes ao ensaio da determinação da massa volúmica nas rolhas naturais.	38
Figura 89: Gráficos referentes ao ensaio da determinação da massa volúmica nas rolhas microaglomerado..	38
Figura 90:Gráfico referente às rolhas 1+1 MC.	39
Figura 91:Gráfico do ensaio do teor de humidade das rolhas naturais.	39
Figura 92: Gráficos do ensaio do teor de humidade das rolhas micro/aglomerados.	39
Figura 93:Gráfico do ensaio do teor de humidade dos discos das rolhas 1+1 MC.....	40
Figura 94: Gráfico do ensaio do teor de humidade dos corpos das rolhas 1+1 MC.....	40
Figura 95: Gráfico do teor de peróxidos das rolhas naturais.	40
Figura 96: Gráfico do teor de peróxidos nas rolhas microaglomeradas.....	40
Figura 97: Gráfico do ensaio do teor de peróxidos das rolhas 1+1 MC.	41
Figura 98: Gráfico do ensaio de quantificação de TCA das rolhas naturais.....	41
Figura 99: Gráfico do ensaio de quantificação de TCA das rolhas microaglomeradas.	42
Figura 100: Gráfico de quantificação de TCA das rolhas 1+1 MC.	42
Figura 101: Gráfico do ensaio da água fervente nas rolhas 1+1 MC.....	42
Figura 102: Gráfico do ensaio sensorial nas rolhas naturais.....	43
Figura 103: Gráfico do ensaio de determinação da capilaridade das rolhas naturais.	43
Figura 104: Gráfico do ensaio de determinação da capilaridade nas rolhas colmatadas.	44
Figura 105: Gráfico do ensaio da determinação da capilaridade das rolhas microaglomeradas.	44
Figura 106: Gráfico do ensaio da determinação de capilaridade nas rolhas 1+1 MC.....	44
Figura 107: Gráfico do ensaio da determinação da força de extração nas rolhas naturais.	45
Figura 108: Gráfico do ensaio da força de extração nas rolhas microaglomeradas.....	45

Figura 109:Gráfico do ensaio da força de extração nas rolhas 1+1 MC.....	45
Figura 110: Gráfico do ensaio da determinação da estanquicidade das rolhas naturais.	46
Figura 111: Gráfico do ensaio de quantificação de poeiras nas rolhas naturais.	46
Figura 112:Gráfico do ensaio de quantificação de poeiras nas rolhas colmatadas.	47
Figura 113:Gráfico do ensaio da determinação da recuperação dimensional após compressão das rolhas naturais.	47
Figura 114:Gráfico do ensaio da determinação da recuperação dimensional após compressão das rolhas colmatadas.	47
Figura 115:Gráfico do ensaio de determinação de absorção nas rolhas microaglomeradas.	48

Lista de Tabelas

Tabela 1: Principais haloanisóis contaminantes do vinho bem como os seus limites de perceção sensorial e odor característico.	12
Tabela 2: Ensaios de verificação e controlo de qualidade realizados no laboratório da PrecisionElite.	20
Tabela 3: Limites de especificação utilizados para cada tipo de rolha.	22
Tabela 4: Especificações do Medcork.....	23
Tabela 5: Critério para aceitação das classes. A- aceita/ R-rejeita	31
Tabela 6: Tabela de amostragem.....	57

Acrónimos

Acrónimo/Sigla	Português	Inglês
CIPR	Código Internacional das Práticas Rolheiras	International Code of Cork Stopper Practices
ECD	Detetor de captura de Electrões	Electron Capture Detector
HACCP	Análise de Perigos e Controlo dos Pontos Críticos	Hazard analysis and critical control Point
PCA	Pentacloroanisol	Pentachloroanisole
PCP	Pentaclorofenol	Pentachlorophenol
PDMS	Dimetil polissiloxano	Polydimethylsiloxane
PVC	Cloreto de polivinilo	Polyvinyl chloride
SPME	Microextração em fase sólida	Solid Phase Microextraction
TBA	2,4,6-Tribromoanisol	2,4,6-tribromoanisole
TBP	2,4,6-Tribromofenol	2,4,6-tribromophenol
TCA	2,4,6-Tricloroanisol	2,4,6-trichloroanisole
TCA3	2,3,6-Tricloroanisol	2,3,6-trichloroanisole
TCP	2,4,6-Triclorofenol	2,4,6-trichlorophenol
TeCA	2,3,4,6-Tetracloroanisol	2,3,4,6-tetrachloroanisole
TeCP	2,3,4,6-Tetraclorofenol	2,3,4,6-tetrachlorophenol
tr	Tempo de retenção	Retention Time

Nomenclatura

Símbolo	Descrição	Unidades
d	Diâmetro da rolha	mm
d_1	Valor resultante do diâmetro da rolha colocada na primeira posição	mm
d_2	Valor resultante do diâmetro da rolha colocada na segunda posição	mm
L	Comprimento da rolha	mm
m	Massa da rolha	g
m_i	Massa da rolha inicial	g
m_f	Massa da rolha no final	g
ρ	Massa volúmica aparente da rolha	kg/m ³

Capítulo 1: Introdução

1.1. Enquadramento e objetivo do trabalho

A cortiça é uma matéria-prima natural e 100% vegetal, tendo várias utilizações, sendo uma delas como vedante para as garrafas de vinho. Esta é sujeita a um controlo rigoroso a fim de assegurar as especificações requeridas pelo cliente, de acordo com o tipo de rolha que procura. Desta forma foi criado um Código Internacional das Práticas Rolheiras (CIPR¹) que tem como objetivo nivelar a qualidade das rolhas de cortiça utilizadas por todo o setor corticeiro, permitindo uma igualdade de produção entre todos.

Com o objetivo de estudar o controlo de qualidade das rolhas de cortiça, foi efetuado um estágio na empresa *PrecisionElite*. Para isso avalia-se os parâmetros físico-químicos, mecânicos e sensoriais das rolhas de cortiça natural, colmatadas, microaglomerados e das rolhas técnicas.

Esta dissertação encontra-se estruturada em nove capítulos. No primeiro capítulo é exposto o enquadramento e o objetivo do trabalho. No segundo capítulo, procede-se a uma descrição da cortiça e dos seus constituintes, de como é efetuado o processo de descortiçamento e descreve-se também os diferentes tipos de rolha existentes e os seus processos de fabrico.

Em relação ao terceiro capítulo, é realizada uma breve apresentação da empresa e das rolhas de cortiça fabricadas por esta. No quarto capítulo, são abordados os diferentes tipos de contaminantes da cortiça e no quinto capítulo são abordados os ensaios efetuados no controlo de qualidade das rolhas e no sexto capítulo são apresentados e discutidos os dados obtidos após a realização dos ensaios de controlo de qualidade.

Por fim, no capítulo sete são apresentadas as conclusões deste trabalho.

1.2. Cortiça

A cortiça (Figura 1) é um material de origem 100% vegetal uma vez que é proveniente da casca dos sobreiros (*Quercus suber*)². O sobreiro tem características muito interessantes distinguindo-se das restantes árvores por possuir uma casca que se regenera naturalmente³.

Estes encontram-se maioritariamente na zona do mediterrâneo ocidental, constituindo assim montados, podendo também ser chamados de Dehesas na região de Espanha⁴. Os seus principais países produtores são Portugal, Espanha, Argélia, Itália, Marrocos, Tunísia, França. Em Portugal, os montados existem em abundância no Alentejo, existindo também no Douro, representando assim uma área de 730 mil hectares, sendo por isso responsável por mais de 50% da produção mundial de cortiça⁵.

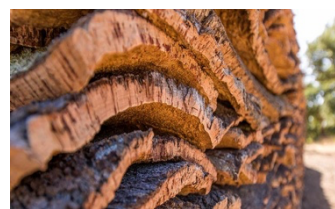


Figura 1: Pranchas de cortiça.

1.2.1. Estrutura da Cortiça

A cortiça apresenta uma estrutura semelhante a favos de mel pois as células possuem um formato alveolar, podendo parecer um prisma pentagonal ou hexagonal⁶.

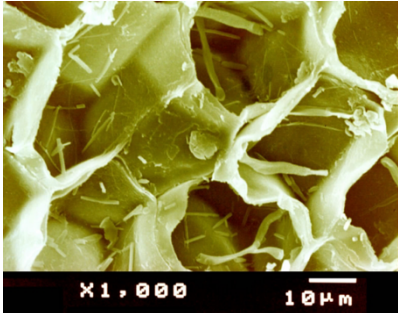


Figura 2: Estrutura celular da cortiça vista através de um microscópio.

Essas células são compostas por suberina e são preenchidas com uma mistura gasosa, bastante semelhante à do ar. As células têm dois tamanhos diferentes, as maiores têm uma altura aproximadamente entre 0,04 e 0,05 milímetros, as células mais pequenas, podem medir entre 0,01 a 0,02 milímetros. Na Figura 2⁶ pode-se observar a estrutura celular da cortiça. Existem em média cerca de 40 milhões de células por cada centímetro cúbico de cortiça e numa única rolha podem existir 800 milhões.

A cortiça é composta por⁷:

- Suberina - é o principal componente da cortiça correspondendo a cerca de 45% desta, sendo também a responsável pela elasticidade desta. Uma vez que é uma substância muito hidrofóbica, contribui para a impermeabilização das células de forma a proteger o tronco do sobreiro.
- Lenhina - existe em cerca de 27% e é o composto que confere à cortiça um bom isolamento, sendo que, presente na parede celular a faz ficar mais rígida.
- Polissacarídeos, encontram-se cerca de 12%, e é o componente que se encontra na parede celular sendo o responsável pela textura da cortiça.
- Taninos - são os compostos responsáveis pela cor da cortiça correspondendo a 6%.
- Ceróides - tornam a cortiça impermeável pois são compostos hidrofóbicos, estando presente em 5% na sua constituição.

1.2.2. Propriedades da cortiça

A nível de propriedades a cortiça é uma matéria-prima muito leve uma vez que mais de 50% do seu volume é ar, tornando-a capaz de flutuar e apresentar uma massa volúmica aproximadamente de $0,16 \text{ g/cm}^3$ ⁸.

É praticamente impermeável a líquidos e a gases, devido à sua constituição ter suberina e ceróides o que permite ter resistência à humidade e por sua vez não deteriorar na presença desta⁶.

Também é elástica e compressível, pois quando é comprimida até cerca de metade da sua largura, descomprime gradualmente recuperando a sua forma e volume inicial sem nunca perder a flexibilidade, o que é muitas vezes chamado de memória elástica. Esta deve-se ao facto de as células interiores estarem revestidas por uma mistura gasosa, permitindo-lhe ser o único sólido que ao ser comprimido de um lado não aumenta o volume do lado oposto, adaptando-se a diferentes temperaturas e diferentes pressões sem nunca se deformar.

A cortiça é também um bom isolante a nível acústico, sendo por isso um bom isolante de som e vibrações. A sua estrutura molecular permite também absorver o calor e conservá-lo por muito tempo, apresentando uma baixa condutividade térmica e um bom isolante térmico.

Por sua vez, a cortiça é muito resistente à combustão podendo funcionar como retardador natural, além disso não faz chama nem liberta gases tóxicos. Esta também é hipoalergénica uma vez que não absorve pó, evitando assim o aparecimento de ácaros e possíveis fontes de alergia.

Outra propriedade da cortiça é a sua resistência ao desgaste, que se deve ao facto de ter uma estrutura semelhante a favos de mel, sendo menos afetada pelo impacto do atrito e de possuir na sua constituição lenhina o que a torna mais rígida e resistente.

Para além de ser resistente a cortiça é também renovável, o que permite retirar pelo menos 17 vezes cortiça de um único sobreiro⁶.

1.3.Descortiçamento

A cortiça é obtida através da extração da casca do sobreiro, esse processo é chamado de descortiçamento⁹.

O descortiçamento realiza-se durante a altura em que a cortiça está na fase mais propícia ao seu crescimento, o que corresponde ao período compreendido entre o princípio de Junho e o fim de Agosto. Este processo não provoca qualquer dano na própria árvore sendo necessário ser efetuado por pessoas devidamente experientes, apelidados de descortidores. É fundamental ter habilidade e experiência tendo em atenção a época do descortiçamento, a forma como é efetuado, a periodicidade e a intensidade.

O descortiçamento é efetuado com um intervalo mínimo de 9 anos e a primeira extração de cortiça ocorre quando o sobreiro atinge 70 cm de altura e 1,20 m em relação ao chão, pois o sobreiro apenas pode ser descortido cerca de 17 vezes ao longo de aproximadamente 200 anos⁹.

O primeiro descortiçamento é chamado de desbóia e nesse obtém-se uma cortiça que é denominada de cortiça virgem apresentando uma estrutura muito irregular e dura, que pode ser utilizada para pavimentos, isolamentos, entre outros.

Após 9 anos, acontece o segundo descortiçamento, obtendo-se assim uma cortiça com uma estrutura regular e um pouco menos dura que a primeira, sendo ainda imprópria para o fabrico de rolhas.

A partir do terceiro descortiçamento já se consegue obter uma boa cortiça, pois já apresenta as propriedades indicadas para ser possível a produção de rolhas, uma estrutura regular com costa e barriga lisa. Esta cortiça é chamada de amadia ou de reprodução.

1.3.1. Processo de descortiçamento

O descortiçamento é executado em seis etapas⁹:

- Abrir;



Figura 3: Abrir o sobreiro.

Na primeira etapa dá-se um golpe no sobreiro no sentido vertical, como está exemplificado na Figura 3. Esse golpe resulta numa fenda profunda sobre a casca, simultaneamente torce-se o machado para separar a prancha de cortiça do entrecasco do sobreiro.

É importante realçar que os descortidores conseguem verificar se o golpe foi bem efetuado e se estão a abrir bem a casca do sobreiro, pois

ouve-se um som oco característico do rasgamento quando se aplica o machado sobre a prancha. Caso contrário, o machado emite um som curto, firme e seco.

- Separar;



Figura 4: Separar a cortiça do tronco do sobreiro.

Passando para a segunda etapa é necessário separar-se a prancha introduzindo o machado entre a barriga da prancha (Figura 4), onde se encontra a cortiça, e o tronco do sobreiro fazendo leves movimentos.

- Traçar;



Figura 5: Traçar da cortiça.

Seguidamente traça-se um corte na horizontal no sobreiro de forma a delimitar o tamanho da prancha de cortiça que vai ser retirada (Figura 5), separando a cortiça que fica na árvore e a que sai.

Neste processo é necessário haver algum cuidado com a traçagem uma vez que, um traço mal efetuado pode deixar sequelas no entrecasco o que pode causar danos a nível da geometria do tronco.

- Extrair;



Figura 6: Retirar a cortiça.

Nesta etapa, a prancha é retirada da árvore de forma a não partir (Figura 6), uma vez que quanto maior for a prancha, maior é o seu valor comercial e o seu tamanho depende da destreza dos descortiçadores.

Assim, após retirada a primeira prancha, o processo é repetido até todo o tronco estar sem cortiça, isto apenas até a marca traçada anteriormente.

- Descalçar;



Figura 7: Descalçar o sobreiro.

Posteriormente passamos ao descalce da cortiça (Figura 7), este consiste em retirar possíveis fragmentos de cortiça que possam ter ficado junto ao tronco, sendo por isso necessário dar algumas pancadas com o machado de forma a retirá-los, evitando o aparecimento de parasitas no sobreiro.

- Marcação;



Figura 8: Marcação do sobreiro.

Por fim procede-se à marcação do sobreiro com o último algarismo correspondente ao ano em que se efetuou o descortiçamento (Figura 8). Esta marcação é feita com uma tinta branca para sobressair em relação ao tronco do sobreiro.

Após o descortiçamento as pranchas são empilhadas e levadas para as fábricas da cortiça, para serem expostas ao ar livre e posteriormente estabilizarem.

É importante realçar que as pilhas das pranchas são formadas de acordo com as regras do *Código Internacional de Práticas Rolheiras (CIPR¹)*, por isso as cortiças são separadas conforme o sobreiro de onde foram retiradas e com base na cor. As cortiças verdes são queimadas e as que apresentam manchas amareladas são descartadas, ficando identificadas à parte das restantes cortiças.

Estas devem ser empilhadas sobre materiais que não contaminem a cortiça e de forma a evitar o contacto com o solo. Normalmente é utilizado solo em betão ou em paletes de madeira tratada por ar quente forçado (HT), plástico, aço galvanizado e aço inoxidável¹. Não podem estar em contacto com madeira não tratada podendo transmitir fungos.

É nesta altura também que se dá o amadurecimento (maturação) da mesma e a sua estabilização deve ser superior a 6 meses.

1.4. Rolhas de cortiça

É importante realçar que todo o processo de fabrico de rolhas tem de estar de acordo com o *CIPR¹* e as exigências para os processos dependem do nível em que a fábrica está de acordo com o SYSTCODE¹⁰.

Existem três níveis do sistema SYSTCODE¹⁰:

- BASE, onde a empresa tem de cumprir os requisitos gerais (Nível 1);
- PREMIUM, onde a empresa tem de cumprir os requisitos gerais e as de exigências desta categoria (Nível 2);
- EXCELÊNCIA, é normalmente dado a empresas que vendem rolhas acabadas a operadores vinícolas, essas empresas são consideradas de nível PREMIUM na sua atividade de acabamento, podendo contratar prestadores de serviços para produzir rolhas semi-acabadas, este também tem de ser de nível PREMIUM, (Nível 3).

Existem empresas que não são certificadas pelo CIPR ¹ embora, não signifique que não cumpram as boas práticas rolheiras do código, indica apenas que não certificadas.

Após maturação das pranchas de cortiça, estas passam por um conjunto de várias etapas diferindo do tipo de rolha que se pretende produzir.

Existem diferentes tipos de rolhas e categorizam-se por rolhas naturais, rolhas técnicas e outros tipos de rolhas, nomeadamente rolhas capsuladas, aglomerados e microaglomerados.

1.4.1. Rolhas naturais

As rolhas de cortiça natural^{11,12} (Figura 9) são os únicos vedantes naturais que permitem a conservação do vinho devido à sua elasticidade, compressibilidade e constituição celular. Estas conseguem manter o vinho conservado e permitem-no fazer o seu envelhecimento, pois duram dezenas de anos.

Nas rolhas naturais existem vários tamanhos e diâmetros de rolha dependendo do tipo de garrafa a utilizar bem como do tipo de vinho, por exemplo, as rolhas mais longas são



Figura 9: Rolha natural.

utilizadas para vinhos com estágios em garrafa prolongados. A qualidade da vedação da rolha natural depende do seu diâmetro, uma vez que a rolha é comprimida para entrar no gargalo por isso o seu diâmetro acaba por diminuir. Desta forma, para vinhos tranquilos o ideal é usar uma rolha que seja maior 6 mm do que o diâmetro do gargalo da garrafa a utilizar. Deve garantir-se que ao comprimir a rolha não há danificação da estrutura celular pois não se comprime mais do 33%.

A fabricação das rolhas naturais inclui várias fases:

- Cozedura das pranchas

Após o período de estabilização das pranchas de cortiça, estas são cozidas em água limpa e a ferver a aproximadamente 100 °C (Figura 10).

Este processo tem a duração de pelo menos uma hora. A cozedura tem como objetivo limpar a cortiça, extrair as substâncias hidrossolúveis, aumentar a sua espessura tornando-a mais macia e elástica. Desta forma



Figura 10: Cozedura das pranchas.

consegue-se reduzir a densidade da cortiça. Anteriormente, as células da cortiça encontram-se mais irregulares e comprimidas. Após este processo tornam-se mais regulares e o seu volume aumenta cerca de 20%, devido à expansão do gás existente no interior das células por ação do calor.

O processo de cozedura pode variar conforme a empresa, uma vez que algumas empresas rolheiras usam processos complementares a este para obter uma melhor desinfeção das pranchas.

- Estabilização

De seguida decorre a estabilização da cortiça, que tem uma duração de duas a três semanas e serve para suavizar as pranchas e permitir o seu repouso, para assim a cortiça obter a consistência necessária para se proceder à brocagem das rolhas. A estabilização permite também que a cortiça atinja o teor de humidade entre os 8 e os 16%, a humidade ideal para este processo.

- Seleção das pranchas e rabaneação

As pranchas da cortiça são inicialmente aparadas nas bordas e, seguidamente, são separadas conforme a sua classe e qualidade, tendo em conta a sua espessura, porosidade e o seu aspeto visual. Seguidamente estas são cortadas em várias tiras com uma largura superior ao comprimento da rolha, tendo sempre como base a qualidade e classe de rolha que se pretende fabricar.

- Brocagem

Posteriormente à seleção é efetuada a perfuração das pranchas de cortiça através de uma broca cilíndrica, com as dimensões da rolha natural pretendida. Os desperdícios da brocagem podem ser utilizados para granulado de cortiça, ou mesmo para se produzir topos para rolhas técnicas. Em alguns casos também se pode aproveitar para material de construção, isolamento e até mesmo como decoração.

- Retificação dimensional/ boleamento e chanframento

Muitas vezes as rolhas retiradas pela brocagem não ficam exatamente com as medidas certas, sendo necessário efetuar-se uma retificação, de forma a terem as medidas *standard* e regularizar a superfície da rolha.

As rolhas de cortiça podem ainda sofrer o processo de chanframento (Figura 11), que consiste em arredondar os cantos da rolha de cortiça e que pode ser efetuado em todas as rolhas de cortiça, naturais, microaglomeradas e também nas rolhas de champanhe.

Muitas vezes é utilizado também o boleamento (Figura 12), por exemplo nas rolhas bartop, para as topejar um pouco.



Figura 11: Rolha à esquerda sem chanfrado, rolha à direita chanfrada.



Figura 12: Rolha bartop à esquerda com boleamento e a rolha à direita chanfrada.

- Escolha

Nesta fase as rolhas são separadas de acordo com a classe a que pertencem:

- Flor
- Extra
- Superior
- 1º
- 2º
- 3º
- 4º
- 5º

A determinação da classe em que a rolha pertence depende do número de lenticelas que a rolha tiver. Quanto maior quantidade de lenticelas pior é a classe da rolha. É chamado de lenticela aos “buracos” naturais que a cortiça tem, sendo que por vezes existem lenticelas feitas pelo bicho ou cobilha e essa rolha é descartada. Esta determinação é feita por controlo automático, através de máquinas denominadas de escolhas. Estas máquinas, através de um laser, analisam a superfície das rolhas e separam-nas por classes.

Seguidamente, se necessário as rolhas passam ainda por uma escolha manual, através do olho humano, esse trabalho é feito pelas escolhedoras, sendo que nesta fase também são retiradas rolhas que apresentam alguns defeitos, nomeadamente:

- Mancha amarela
- Cobilha
- Formiga (Bicho)
- Verdura
- Ano Seco
- Prego
- Costa
- Barriga
- Caleira
- Fenda
- Ovalização
- Repasse



Figura 13: Mancha amarela. Figura 14: Cobilha. Figura 15: Bicho. Figura 16: Verdura. Figura 17: Ano Seco.



Figura 18: Prego. Figura 19: Costa. Figura 20: Barriga. Figura 21: Caleira. Figura 22: Fenda.



Figura 23: A rolha à esquerda apresenta ovalização.



Figura 24: Repasse.

- Lavação

Seguidamente procede-se à lavagem das rolhas, que serve para desinfetar as rolhas. Normalmente são utilizados água oxigenada ou ácido peracético, podendo também ser utilizados métodos como micro-ondas e ozono. A lavagem das rolhas faz estabilizar o teor de humidade e reduz a contaminação, pois durante o processo vão sendo libertados alguns compostos que podem contaminar as rolhas.

Em alguns tipos de rolha o processo termina aqui, dispensando o passo seguinte e passando diretamente para a fase de marcação.

- Revestimento

De acordo com as especificações do cliente, as rolhas poderão ser revestidas. O revestimento é feito de forma aquosa e tem como objetivo uniformizar a rolha melhorando as suas propriedades. Pode também dar uma coloração à rolha, caso seja utilizado um revestimento colorido. Existem diferentes tipos de revestimento, desde branco a uma cor mais próxima da cor natural da cortiça, como podemos observar na Figura 25 e 26.



Figura 25: Rolhas revestidas de cores diferentes e a rolha à direita encontra-se em cru.



Figura 26: Topos das rolhas revestidas e topo de rolha em cru, à direita.

- Colmatagem

Sempre que pedido pelo cliente pode ser realizada a colmatagem. Este processo consiste em tapar as lenticelas das rolhas naturais (Figura 27 e 28) com uma mistura de pó resultante da retificação das rolhas e cola feita com uma mistura à base de resina natural e água. Desta forma melhora-se o espectro visual da rolha e a sua qualidade de vedação, sendo que normalmente este processo é utilizado em rolhas de menor qualidade.

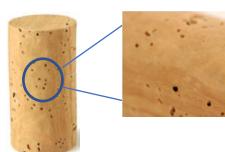


Figura 27: Rolha natural.

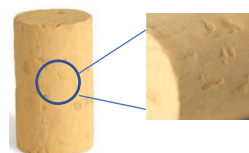


Figura 28: Rolha colmatada.

- Marcação ou Branding

A marcação é efetuada de acordo com as especificações do cliente, podendo ser utilizadas três técnicas de marcação diferentes:

- Marcação a tinta
- Marcação a fogo
- Marcação a laser

Na marcação a tinta é utilizada uma tinta de conformidade alimentar que apenas pode ser utilizada nos corpos. A marcação a laser e a fogo é feita nos topos.

- Tratamento

As rolhas são tratadas com parafina e silicone para posteriormente facilitar o engarrafamento da mesma e a extração da rolha. As quantidades destes produtos dependem do tipo de rolha e são ajustadas conforme os testes de qualidade.

- Embalagem e Transporte

Assim que o tratamento está finalizado, as rolhas são embaladas em sacos de plásticos num ambiente sulfuroso (anidrido sulfuroso SO₂), pois este inibe o desenvolvimento microbiano e bacteriano. Seguidamente são embaladas em caixas de cartão devidamente identificadas para serem transportadas para o cliente.

1.4.2. Rolhas técnicas

As rolhas técnicas^{13,14} são utilizadas para engarrafar vinhos com uma duração de 2 a 3 anos. São constituídas por um corpo denso de cortiça aglomerada ou microaglomerada com discos de cortiça natural colados, através de aglutinantes, num dos topos ou em ambos. As rolhas com apenas um disco em cada um dos topos são designadas de rolhas 1+1 (Figura 29). As rolhas com 2 discos num dos topos são designadas de 2+0, normalmente também designadas de rolha de champanhe (Figura 30).



Figura 29: Rolha 1+1.



Figura 30: Rolha de champanhe (2+0).

Estas rolhas são quimicamente estáveis e muito resistentes, tal como as naturais, a sua produção divide-se em três fases:

- Produção de discos de cortiça natural

Os discos de cortiça são fabricados através do mesmo processo das rolhas de cortiça natural. As pranchas de cortiça são cozidas, mas apenas são utilizadas as pranchas mais finas ou então partes que restaram da brocagem de rolhas naturais e que se encontrem próximas da parte exterior e rugosa da árvore. Estas pranchas são cortadas para se retirar essa parte e, por sua vez, obter-se lâminas de cortiça com uma espessura de cerca de 6,5 mm.

Seguidamente, as lâminas são perfuradas através de brocas de formato em círculo, formando assim os discos. Estes passam por uma seleção manual, através das escolhedoras e são separados de acordo com a classe a que pertencem, sendo estas:

- Super
- A
- B

- C
- D

A limpeza dos discos é realizada em sistemas próprios de lavação utilizando água purificada aquecida a aproximadamente 70°, sem cloro. Em seguida são secos e armazenados para passarem à próxima etapa.

- Fabricação dos corpos

Após a produção dos discos passa-se para a produção dos corpos da rolha. Estes são formados por grânulos produzidos a partir de sobras de cortiça, por exemplo da brocagem de discos ou mesmo das rolhas naturais. Os grânulos são obtidos através da trituração dessas sobras e podem obter-se com várias granulometrias dependendo da máquina de trituração utilizada.

Estes são aglomerados com uma cola de poliuretano própria para se utilizar no sector alimentar, assim o corpo da rolha pode passar por 2 processos, moldação ou extrusão. A moldação é efetuada por moldadores que comprimem os grânulos em moldes formando os corpos de forma. Na extrusão, utiliza-se uma extrusora onde se obtém uns bastões sendo cortados à medida da rolha, de acordo com as especificações de diâmetro e comprimento requeridas.

- Montagem da rolha

Por fim, passa-se para a montagem da rolha. Para isso os discos e os corpos aglomerados são introduzidos em duas máquinas para posteriormente serem montados. Previamente os discos são inseridos na primeira máquina sendo esta composta por dois lados, um onde se inserem os discos que passam por câmaras para se seleccionar o lado deste que irá ficar em contacto com o vinho. Do lado oposto, a máquina marca o outro lado do disco para indicar à segunda máquina qual a parte do disco que se vai colar ao corpo da rolha.

Na máquina seguinte são inseridos os disco e os corpos e esta deteta a marca feita pela máquina anterior, colando os discos. Posteriormente passam para o processo de lavagem, seleção, marcação e embalagem tal como no processo das rolhas naturais.

1.4.3. Outras rolhas

Existem ainda outros tipos de rolha tais como:

- Rolhas de champanhe¹⁵

As rolhas de champanhe (Figura 31) são fabricadas para vinhos espumantes, sidra e champanhe. Estas são produzidas pelos mesmos processos das rolhas técnicas, pois a rolha champanhe é uma rolha 2+0 ou 1+0, sendo constituída por um corpo aglomerado e num dos topos são aplicados um ou dois discos de cortiça.

Estas têm um maior diâmetro que as rolhas naturais de forma a conseguir suportar elevadas pressões que existem nos vinhos gaseificados. As rolhas deste tipo dividem-se em 4 classes dependendo do tipo de disco utilizado:

- Extra
- Superior
- 1°



Figura 31: Diferentes tipos de rolhas de champanhe e de vinho

o 2º

- Rolhas aglomeradas¹⁶

As rolhas aglomeradas (Figura 32) são fabricadas a partir de granulados de cortiça resultantes de excertos da produção de rolhas de cortiça naturais. Estas são fabricadas por moldagem individual ou por extrusão, tal como os corpos aglomerados anteriormente descritos.

Estas rolhas são mais indicadas para vinhos de menor preço e asseguram a sua vedação por um período até 24 meses, sendo por isso utilizado em vinhos de alta rotação.



Figura 32: Rolha aglomerada.

- Micro aglomeradas ou micro granuladas¹⁷

As rolhas micro aglomeradas (Figura 33) são rolhas com um corpo de cortiça aglomerada com uma granulometria específica. São fabricadas com o mesmo procedimento das rolhas aglomeradas, apesar de que a sua principal característica é a grande estabilidade estrutural, sendo por isso aconselhada para vinhos de consumo rápido.



Figura 33: Rolha micro aglomerada.

A qualidade destas é definido com base no calibre do granulado de cortiça de que elas são feitas.

- Rolhas cápsuladas¹⁸

As rolhas cápsuladas (Figura 34) são fabricadas em duas partes. Primeiro é feito um corpo que pode ser aglomerado, natural ou colmatado e em seguida é produzido uma cápsula que é colada ao topo do corpo, podendo ser de madeira, PVC, metal, vidro entre outros.



Figura 34: Diferentes tipos de rolhas capsuladas.

Estas rolhas são geralmente utilizadas para vinhos licorosos ou em bebidas espirituosas. É uma rolha que permite a sua reutilização, uma vez que neste tipo de bebidas não se consome de uma só vez. As rolhas cápsuladas apenas necessitam de ter um diâmetro com 2 mm acima do diâmetro interior do gargalo de forma a não comprometer a vedação e poder reutilizar-se a garrafa.

1.5.A cortiça e os principais contaminantes

Apesar de a cortiça ser um bom vedante, pelo facto de ser um produto natural poderá sofrer contaminações de diferentes tipos. Isto pode desencadear a migração de compostos de aroma indesejável da superfície da cortiça para o vinho levando a que ocorra alterações organolépticas. Para se poder classificar as diferentes contaminações foi criada a roda de odores da cortiça (Figura 46)²⁰.

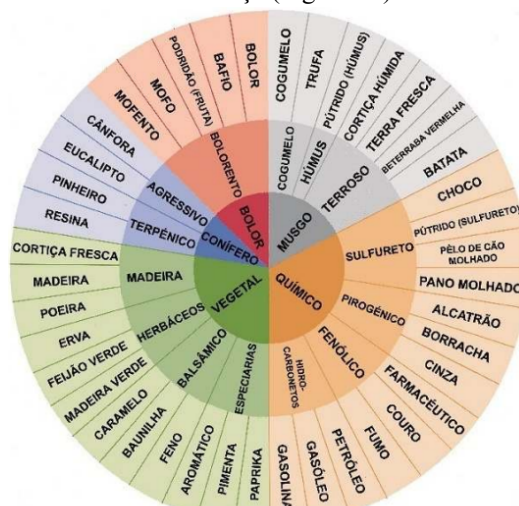


Figura 35:Roda de odores da cortiça.

Através desta roda observa-se que existem cinco grandes grupos de contaminantes: os contaminantes químicos, musgo, bolores, coníferos e os vegetais.

A principal fonte de contaminação da rolha acontece devido à presença de compostos voláteis como os haloanisóis e os halofenóis, que conferem à rolha um odor desagradável a “mofo”, pertencendo assim ao grupo dos bolores.

Os agentes contaminantes mais comuns no caso dos haloanisóis (Figura 47) são os cloroanisóis e os bromoanisóis. Nos halofenóis (figura 48) os mais comuns são os clorofenóis e os bromofenóis²¹.

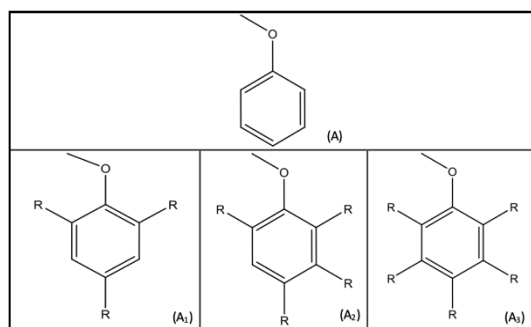


Figura 36: Anisól (A); Haloanisóis (A1,A2,A3)²².

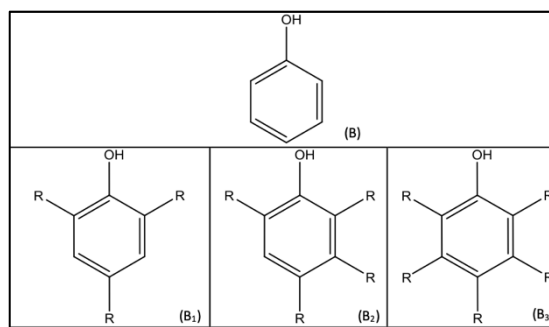
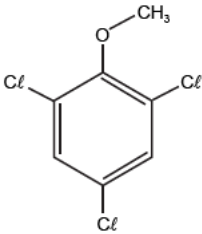
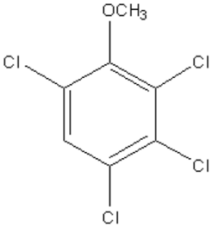
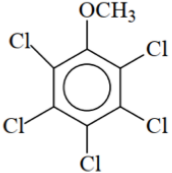
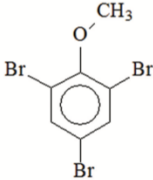


Figura 37:Fenól (B); Halofenóis (B1,B2,B3) ²².

Os haloanisóis são anisóis com pelo menos um halogénio na sua composição, podendo ser o cloro, bromo, iodo e/ou flúor. Na Tabela 1 encontram-se os principais haloanisóis contaminantes do vinho^{22,23}.

Tabela 1: Principais haloanisóis contaminantes do vinho bem como os seus limites de perceção sensorial e odor característico.

Nome do composto	Estrutura química	Limite de percepção sensorial	Odor característico
2,4,6 – Tricloroanisol (TCA) ²²		Em água: 30 – 300 pg/L Em solução alcoólica (vinho): 1,5 – 3 ng/L	Mofo
2,3,4,6 – Tetracloroanisol (TeCA) ²²		Em água: 4 ng/L Em solução alcoólica (vinho): 10 – 15 ng/L (branco e tinto) 5 ng/L (vinhos espumosos)	Mofo
Pentacloroanisol (PCA) ²²		Composto organoleticamente fraco Limiar de deteção: 50 µg/L	Mofo, bolor
2,4,6 – Tribromoanisol (TBA) ²²		Em água: 8 - 30 pg/L Em solução alcoólica (vinho): 43 ng/L	Mofo, bolor

O 2,4,6 - TCA é o haloanisol com limiar de deteção mais baixo em solução alcoólica, bem como o que se encontra em maior concentração nas rolhas de cortiça, sendo por isso o composto que mais contribui para a contaminação dos vinhos²⁴.

2,3,4,6 – Tetracloroanisol (TeCA)

As contaminações resultantes do 2,3,4,6-Tetracloroanisol^{22,23} nos vinhos originam-se muitas vezes nas estruturas de madeira ou mesmo nos barris poluídos na própria adega, que ao serem tratados com PCP ou 2,4,6-TCP, e por estarem em ambientes húmidos são transformados em clorofenóis pelos fungos filamentosos, tal como acontece no TCA.

O TeCA também pode surgir através da metilação do 2,3,4,6-tetraclorofenol (TeCP) que é muitas vezes utilizado como conservantes da madeira ou através da degradação do Pentacloroanisol (PCA).

Pentacloroanisol (PCA)

O Pentacloroanisol (PCA)²² é um composto que altera a estrutura organolética do vinho e tem um cheiro a “mofo” como o TCA. A sua origem deve-se a estruturas de madeira e barris que possam estar contaminados nas adegas tal como é o caso do TeCA.

2,4,6 – Tribromoanisol (TBA)

O 2,4,6-tribromoanisol (TBA)²² confere às rolhas um cheiro a “mofo”, embora possa também conferir um cheiro fenólico ou iodado quando encontrado em elevadas concentrações. Este pode ser formado através de dois processos:

- A partir do 2,4,6-tribromofenol (TBP) que, quando entram em contacto com fungos ou bactérias, nomeadamente *Aspergillus*, que são transportados pelo ar, convertem-se em derivados de bromoanisol.
- A partir da cloração da água quando estão presentes iões de bromo, este pode encontrar-se nas barricas de vinho ou na atmosfera das adegas, podendo contaminar as rolhas de cortiça e o próprio vinho.

2,4,6- Tricloroanisol (TCA)

O 2,4,6-Tricloroanisol, TCA²²⁻²⁷, é um composto quimicamente estável e não degradável, formando-se quando microorganismos, como os fungos, entram em contacto com compostos à base de cloro. Este é um composto volátil e pode contaminar o vinho quando existe contacto direto entre o vinho e o material contaminado, mesmo em poucas quantidades. Apesar de alterar o sabor do vinho não tem qualquer problema para a saúde humana.

O TCA pode produzir-se diretamente no vinho, bem como na madeira e nas rolhas de cortiça, caso estas estejam contaminadas com clorofenóis. O cloroanisol forma-se quando existe contacto entre uma substância que contenha um grupo fenol e uma fonte de cloro, sendo por isso que a utilização de cloro ou de compostos clorados não é permitida pelo CIPR¹ em nenhuma das etapas de fabrico de rolhas.

A percentagem de TCA suscetível de migrar para o vinho varia de 0,6 a 25%, variando de acordo com a quantidade de superfície de rolha que se encontra em contacto com o vinho, a temperatura e o tempo de estágio do vinho na garrafa.

Como este pode contaminar direta ou indiretamente a cortiça é necessário recorrer a técnicas para detetar a sua existência e prevenir possíveis contaminações, sendo necessário saber também como é formado.

- Formação do TCA

Existem várias formas de se obter o TCA, como se pode observar na Figura 49²². Apesar disso a única origem comprovada cientificamente é através da biometilação do 2,4,6-TCP.

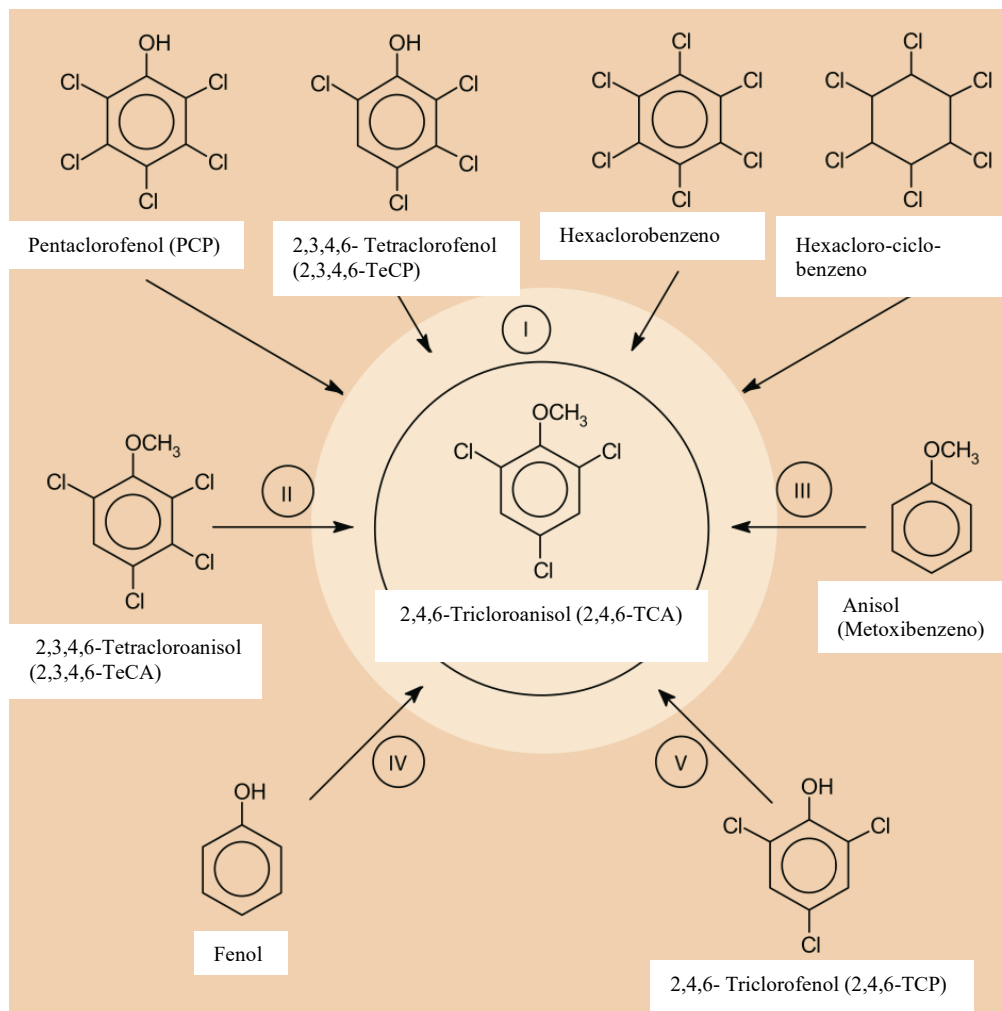


Figura 38: Proposta de mecanismos para se obter o 2,4,6-TCA nas rolhas. I-Catabolismo de compostos com muito cloro na sua composição, como é o caso do PCP, 2,3,4,6-TeCP, hexaclorobenzeno e o hexaclorociclobenzeno. II-Desalogenação de anisóis com muito cloro na sua composição, como é o caso do 2,3,4,6-TeCA. III-Síntese por halogenação de anisóis. IV- Cloração na presença de hipoclorito de sódio seguido de biometilação do fenol. V-Síntese direta por biometilação do 2,4,6-TCP.

A presença de TCA na cortiça deve-se à biometilação ou O-metilação do 2,4,6-Triclorofenol (TCP). A biometilação é uma reação química promovida por fungos filamentosos que possuem uma enzima *halofenol-O-metiltransferase EC211136*, muitas vezes chamada *clorofenol-O-metiltransferase (COPMT)*. Devido à alta toxicidade dos clorofenóis, os fungos filamentosos, como é o caso de *Trichoderma longibrachiatum*, tentam desativá-los, pois os clorofenóis podem causar danos na sua fisiologia ou mesmo morte. A este processo é chamado de desintoxicação dos clorofenóis.

A alta reatividade dos clorofenóis e a sua toxicidade, deve-se à presença do grupo hidroxilo que, ao reagir com as proteínas e os ácidos nucleicos nas células, produz danos graves e em alguns casos irreversíveis.

Assim, os fungos ao atuarem como processo de desintoxicação de compostos halofenólicos, convertem-nos para haloanisóis (Figura 50²²). Estes fungos encontram-se muitas vezes presentes nas superfícies das pranchas de cortiça ou mesmo nas pipas de madeira onde se armazena o vinho.

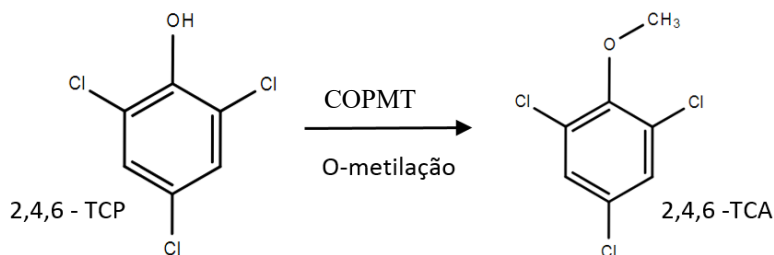


Figura 39: Mecanismo de formação de TCA através da O-metilação de TCP promovida pela COPMT.

Para tentar diminuir as contaminações de TCA é importante arranjar uma forma de deteta-las, para posteriormente não ocorrerem alterações no vinho. Para isso, foram implementados novos processos, para além das normas já existentes pelo *CIPR*¹, tais como²¹:

- Métodos para extração e neutralização do TCA⁵:
 - Novos sistemas de cozedura;
 - Destilação sob vapor controlado;
 - Volatilização por arrastamento em temperatura e humidade controladas;
 - Volatilização por arrastamento em fase gasosa de polaridade ajustada, sob temperatura e humidade controlada;
- Métodos de prevenção de formação de TCA:
 - Radiação (ionização e micro-ondas);
 - Processos biológicos (Symbios);
 - Ações enzimáticas;
- Métodos de controlo do TCA:
 - Cromatografia em fase Gasosa;
 - Análise sensorial;

Capítulo 2: A Empresa

2.1.PrecisionElite

A PrecisionElite¹⁹ (Figura 35) é uma empresa que se foca no acabamento das rolhas de cortiça. Compra as rolhas já fabricadas e trata-as de forma diferenciada em relação à sua concorrência, produzindo o que o cliente deseja, tanto ao nível do tipo de rolha, como na sua qualidade, acabamento e marcação. É uma empresa que produz para mercados nacionais e para exportação, sendo desta forma bastante valorizada.



Figura 40:Lógotipo da empresa PrecisionElite.

A PrecisionElite é certificada pela ISO 9001:2015, pelo HACCP (Análise de perigos e pontos Críticos do controlo) e pelo CIPR¹ (Código Internacional das Práticas Rolheiras), tendo obtido o nível máximo, *Systemcode Excellence*.

Como o próprio nome indica, o seu principal objetivo é a precisão no trabalho entregue ao cliente, por isso desenvolveu um sistema próprio de controlo de qualidade de rolhas cortiça, apresentando um rigor de excelência na escolha das rolhas bem como no tratamento e na marcação, garantindo um melhor produto final.

2.2.Rolhas produzidas pela PrecisionElite

A PrecisionElite é especializada em rolhas de cortiça natural e colmatada pois são as rolhas mais utilizadas. Apesar disso, também fornecem rolhas de microaglomerado, rolhas de aglomerado, 1+1, capsuladas e de champanhe.

2.2.1. Rolhas naturais

- Rolha natural¹⁹

A rolha de cortiça natural (Figura 36) é utilizada para vinhos de alta gama e que necessitam de estagiar em garrafa, promovendo a correta evolução do vinho ao longo dos anos na garrafa.



Figura 41:Rolha natural.

Estas são um vedante natural que não influencia os componentes do vinho, não alterando a sua qualidade, sendo por isso utilizada em qualquer tipo de vinho.

- Rolha Natural WaterPrecision

A rolha natural WaterPrecision (Figura 37) é fabricada a partir de uma rolha natural revestida com uma base aquosa, o que lhe confere um melhor desempenho relativamente à vedação e à conservação do vinho. Esta é normalmente utilizada em vinhos tranquilos e de alta gama, bem como para estágio em garrafa.



Figura 42:Rolha Natural Water Precision.

- Rolha Natural ColmWater Precision

As rolhas naturais ColmWater Precision (Figura 38) são rolhas fabricadas a partir da colmatagem de rolhas naturais. Este processo tem como objetivo melhorar o aspeto visual da rolha bem como a sua performance. É ainda aplicado um revestimento de



Figura 43:Rolha natural Colm Water Precision.

base aquosa, conferindo-lhe uma ótima qualidade técnica no engarrafamento, vedação e conservação dos vinhos por um preço inferior ao das restantes rolhas naturais. Estas são normalmente utilizadas para vinhos de rotação média ou rápida.

2.2.2. Rolhas Técnicas

- Rolhas 1+1¹⁹

A rolha 1+1 (Figura 39) é feita a partir de aglomerados de cortiça e nos seus topos, leva discos de cortiça natural. Este tipo de rolhas é muito estável e bastante resistente, tendo por isso um excelente comportamento em relação à torção a que é submetida quando engarrafada. São normalmente utilizadas para vinhos de rotação rápida.

- Rolha 1+1 MC

A rolha 1+1 MC (Figura 40) tem um processo de fabrico semelhante à rolha 1+1, diferindo apenas no corpo, que neste caso é de microaglomerado. Estas rolhas são utilizadas para vinhos de rotação moderada a rápida.



Figura 44: Rolha 1+1.



Figura 45: Rolha 1+1 MC.

2.2.3. Rolhas micro

- Rolha MicroElite¹⁹

As rolhas MicroElite (Figura 41) são fabricadas através do processo de moldação e são constituídas por um corpo de cortiça microaglomerado com uma granulometria entre 0,5 e 1 mm. Estas são bastante uniformes sendo por isso utilizadas para vinhos com um consumo inferior a 2 anos.

- Micro Precision (PC)

As rolhas Micro Precision (Figura 42) são fabricadas também através do processo de moldação e são constituídas por um corpo microaglomerado com uma granulometria entre 0,5 e 2mm. Estas são adequadas para vinhos de consumo rápido.

- Micro PE

As rolhas Micro PE (Figura 43) apresentam um corpo de cortiça aglomerada com uma granulometria de 2 a 5 mm e são também produzidas pelo processo de moldação. Estas rolhas são mais apropriadas para vinhos de rotação muito rápida, apresentando um preço bastante reduzido.



Figura 46: Rolha MicroElite.



Figura 47: Rolha Micro Precision.



Figura 48: Rolha Micro PE.

2.2.4. Rolha Bartop (capsuladas)

As rolhas capsuladas¹⁹ (Figura 44) são constituídas por um corpo de cortiça natural, colmatada ou microaglomerada, em que no seu topo é inserido uma cápsula com vários materiais. Estas rolhas são utilizadas para vinhos licorosos ou para bebidas espirituosas.



Figura 49: Rolhas Capsuladas.

2.2.5. Rolha de champanhe

As rolhas de champanhe¹⁹ (Figura 45) são constituídas por um corpo granulado de cortiça e num dos topos tem um ou dois discos de cortiça natural, sendo este o lado que fica em contacto com o champanhe. São utilizadas para vinhos efervescentes de alta pressão, como é o caso do champanhe e do vinho espumante.



Figura 50: Rolha de champanhe.

Capítulo 3: Controlo de qualidade das rolhas de cortiça

Sendo as rolhas de cortiça um material 100% natural necessitam de passar por um processo de controlo de qualidade de forma a garantir as especificações requeridas. Com o objetivo de nivelar a qualidade de todo o sector corticeiro foi criado o *CIPR*¹. Assim, é possível controlar as diferentes etapas do processo de fabrico das rolhas bem como possíveis contaminações de TCA.

A PrecisionElite efetua um controlo de qualidade interno e externo dos produtos que fabrica, tendo desenvolvido um sistema de qualidade próprio respeitando sempre as normas práticas estipuladas pelo *CIPR*¹.

Para se realizar o controlo de qualidade das rolhas de cortiça é feita uma avaliação dos parâmetros físico-químicos, mecânicos e sensoriais, através de vários ensaios. Na Tabela 2, encontram-se os ensaios efetuados pela empresa PrecisionElite no seu laboratório da empresa.

Tabela 2: Ensaios de verificação e controlo de qualidade realizados no laboratório da PrecisionElite.

Parâmetro avaliado	Ensaio de verificação e controlo	Referência
Físico-químico	Determinação das dimensões e ovalidade	NP ISO 9727-1:2011
	Determinação da massa e massa volúmica aparente	NP ISO 9727-2:2011
	Determinação do teor de humidade	NP ISO 9727-3:2011
	Determinação do teor de peróxidos	NP 4502:2011
	Quantificação dos cloroanisóis (TCA)	ISO 20752 Método interno
	Determinação da capilaridade	Método interno
	Determinação da estanquicidade/ comportamento à vedação	NP 2803-5:1996
	Determinação de Resíduos Sólidos (Quantificação de Poeiras)	NP ISO 9727-7:2010
	Determinação da resistência à água fervente	NP 2803:7 (2013) Método interno
	Controlo das classes visuais e defeitos	Método interno
	Determinação da recuperação dimensional após compressão	NP ISO 9727:4-2014
	Determinação da absorção	Método interno
Mecânicos	Determinação da Força de extração	NP 2803-4:2019
Sensorial	Análise sensorial	ISO 22308(2005) Método interno

3.1. Descrição dos ensaios efetuados

3.1.1. Determinação das dimensões (comprimento e diâmetro) e ovalidade

As rolhas de cortiça podem apresentar diferentes dimensões dependendo do tipo de broca utilizada no caso das rolhas naturais e das especificações pretendidas pelo cliente no caso de rolhas trabalhadas (colmatadas e técnicas). As medidas mais utilizadas são comprimento x diâmetro.

O tamanho da rolha depende do tipo de vinho para qual vai ser utilizada, normalmente utilizam-se rolhas mais longas para vinhos de estágio em garrafa mais prolongados. No entanto, é necessário usar uma rolha com um diâmetro superior a 6 mm do diâmetro interno do gargalo da garrafa. Assim consegue garantir-se que ao colocar as garrafas na posição horizontal durante o transporte não há perdas de vinho⁵.

No caso de rolhas técnicas ou aglomeradas, utilizam-se rolhas com um diâmetro 5 mm superior ao gargalo pois estas têm uma maior densidade⁵.

De forma a garantir uma boa vedação, é necessário efetuar-se um controlo de qualidade através da ovalização e da dimensão das rolhas. Assim, é necessário um paquímetro com uma resolução de 0,5 mm, uma mesa comparadora de resolução 0,001 mm ou um *Medcork*.

Para se determinar o comprimento das rolhas, coloca-se entre as hastes do paquímetro os topos da rolha, centra-se e ajusta-se de forma a ficarem fixos. Seguidamente regista-se o valor dado pelo equipamento e repetem-se as medições para as restantes rolhas. O cálculo do comprimento médio das rolhas é obtido através da média aritmética dos resultados obtidos, expresso em mm e arredondado a 0,1 mm.

Na determinação do diâmetro das rolhas, é imprescindível centrar e ajustar de modo que as hastes de medição do paquímetro fiquem a meio do comprimento da rolha, tendo em atenção que os anéis de crescimento devem estar paralelos ao operador, registar o valor indicado d_1 pelo aparelho (Figura 51). Seguidamente rodar a rolha 90° para que os anéis de crescimento passem a estar na perpendicular em relação ao paquímetro, registar novamente o valor indicado, d_2 (Figura 52). Repetir para as restantes rolhas.



Figura 51: Medição referente a d_1 , com os anéis de crescimento paralelos às hastes do paquímetro.



Figura 52: Medição referente a d_2 com os anéis de crescimento na perpendicular em relação às hastes do paquímetro.

O diâmetro de cada rolha, d , é dado pela Equação 1.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (1)$$

A ovalidade ou também chamada ovalização é determinada pelo resultado da diferença entre os valores d_1 e d_2 , Equação 2.

$$\text{Ovalização}(mm) = |d_1 - d_2| \quad (2)$$

Este ensaio é realizado tanto na recepção de rolhas como na expedição e os limites de especificação da empresa utilizados para cada tipo de rolha encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3: Limites de especificação utilizados para cada tipo de rolha.

Tipo de rolha	Propriedade	Limite de especificação
Rolha Natural	Comprimento	Valor nominal $\pm 0,7$ mm
	Diâmetro	Valor nominal $\pm 0,5$ mm
	Ovalização	$< 0,7$ mm
Rolha colmatada	Comprimento	Valor nominal $\pm 0,7$ mm
	Diâmetro	Valor nominal $\pm 0,5$ mm
	Ovalização	$< 0,7$ mm
Rolha microaglomerada	Comprimento	Valor nominal $\pm 0,5$ mm
	Diâmetro	Valor nominal $\pm 0,3$ mm
	Ovalização	$< 0,5$ mm
Rolha técnica (1+1)	Comprimento	Valor nominal $\pm 0,5$ mm
	Diâmetro	Valor nominal $\pm 0,3$ mm
	Ovalização	$< 0,5$ mm

3.1.2. Determinação da massa e da massa volúmica aparente

Uma das grandes qualidades da cortiça é a sua elasticidade que muito se deve à densidade da mesma, uma vez que cortiças mais densas são menos elásticas e por isso são mais difíceis de comprimir.

Para determinar a massa e a massa volúmica é necessário uma balança analítica ou um *MedCork*, sendo este último o utilizado pela PrecisionElite. Este equipamento é da marca *Egitron* e encontra-se ligado a um computador, onde todas as medições e leituras, são posteriormente enviadas para um *software* específico. As especificações do *Medcork* encontram-se na Tabela 4.

Tabela 4: Especificações do Medcork.

Comparadores	(± 0,01 mm)
Balança	(± 0,01 g)
Higrómetro	(± 0,1%)
Comprimento das rolhas	25 mm a 60 mm (± 1mm)
Diâmetro das rolhas	18 mm a 35 mm (± 1mm)
Interface de comunicação	RS232 (USB com conversor)
Capacidade de análise	160 rolhas/hora (1 comprimento, 2 diâmetros, 1 massa e 1 humidade)

As rolhas são inseridas no *Medcork* (Figura 53) e passam por três pontos (Figura 54): o primeiro onde as rolhas são medidas por três comparadores, um que mede o comprimento e outro que mede o diâmetro da rolha; seguem de seguida para uma balança analítica onde são pesadas; posteriormente seguem para um *Aqua-boy* onde se mede o teor de humidade da rolha. Posteriormente os dados são enviados para o computador através do *software* da empresa.



Figura 53: Medcork.

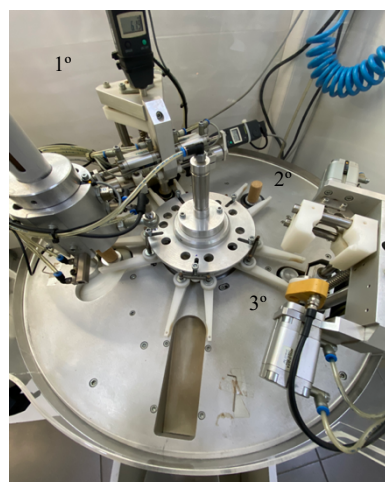


Figura 54: Interior do Medcork.

O *Medcork* faz a análise dimensional, mássica e do teor de humidade de forma sequencial. Os resultados obtidos para a massa volúmica aparente de cada rolha (ρ) são calculados através da Equação 3:

$$\rho = \frac{m \times 10^6}{\pi \times \left(\frac{d}{2}\right)^2 \times L} \quad (3)$$

Em que m é a massa de cada rolha pesada (expressa em gramas), d é o diâmetro (expresso em milímetros) e, L é o comprimento da rolha, (expresso em milímetros).

O resultado final calculado é a média aritmética dos resultados obtidos para cada uma das rolhas da amostra e é expresso em kg/m^3 e arredondado a 0,1g.

3.1.3. Determinação do teor de humidade

O teor de humidade das rolhas é muito importante uma vez que a humidade influencia a elasticidade e o desenvolvimento microbiano, comprometendo assim as propriedades da rolha. Por isso é necessário efetuar-se um controlo destas, através de um condutivímetro de agulhas, chamado *Aqua-Boy*, com dois elétrodos (Figura 55).



Figura 55: Aqua-Boy.

O teor de humidade mede-se inserindo as agulhas do *Aqua-Boy* no disco ou no meio do comprimento da rolha, até uma profundidade de metade do seu diâmetro. Posteriormente regista-se o valor indicado na escala do aparelho, repetindo-se o procedimento para as restantes rolhas da amostra em estudo. O valor obtido do teor de humidade tem que estar compreendido entre os 4 a 8% para rolhas prontas a utilizar. Na PrecisionElite as rolhas são medidas tanto na entrada de lotes como na expedição para o cliente fina e podem ser pelo *Aqua-Boy* ou pelo *MedCork*.

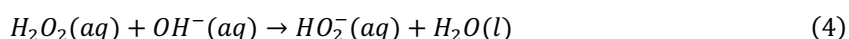
3.1.4. Determinação do teor de peróxidos

O teor de peróxidos nas rolhas depende muito da quantidade de peróxido que estas absorveram durante o processo de lavação, pois é nesta etapa que se dá o branqueamento e a desinfeção das rolhas. Para isso é utilizado peróxido de hidrogénio (H_2O_2) que tem como função atuar como agente de desinfeção e de descoloração da rolha, permitindo-lhe ficar com uma coloração esbranquiçada dependendo da quantidade de peróxido utilizada.

Para além disto, o peróxido atua como removedor, umas vezes total outras apenas parcial dos compostos fenólicos, sendo por isso muitas vezes utilizado na desinfestação das rolhas como forma a diminuir a quantificação de TCA.

Na literatura ainda existem poucas informações referentes ao processo de lavação da cortiça, por isso assume-se que as reações que ocorrem durante este processo são semelhantes ao que ocorre na indústria do papel, no processo de branqueamento.

A reação característica deste processo é apresentada pela Equação 4³³:



O peróxido de hidrogénio entra em contacto com uma substância alcalina. A mais utilizada é o hidróxido de sódio (NaOH). Formam um anião hidroperóxido (HO_2^-) forte que reage com a lenhina e a celulose presentes na cortiça, oxidando-a e descolorando-a, tornando-a cada vez mais branca³³.

Peróxidos em grande quantidade também alteram o sabor do vinho, por isso é necessário controlar-se a sua concentração nas rolhas. Para isso é necessário preparar-se inicialmente uma solução de ácido acético a 0,2% v/v.

Retira-se 100 ml da solução de ácido acético previamente preparada e coloca-se num balão de Erlenmeyer de 500 ml. Adicionam-se 3 rolhas da amostra que se pretende analisar e tapa-se com *parafilm*. Colocam-se num agitador orbital durante 1 hora a uma velocidade de 120 rpm (Figura 56).

No fim do ensaio, introduz-se durante 2 segundos uma palheta do *Kit Quantofix Peroxide 25*, retira-se a palheta, sacode-se para eliminar o excesso de solução, esperam-se 15 segundos e verifica-se que cor se obteve comparando-se com a escala de cor existente na embalagem (Figura 57).

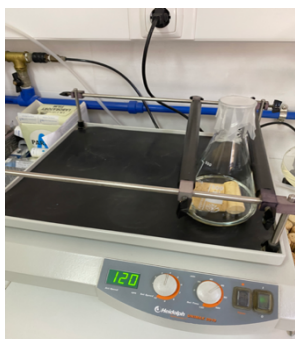


Figura 56: Ensaio de determinação de peróxidos.



Figura 57: Kit de determinação do teor de peróxidos.

Na Figura 58, encontram-se 2 escalas: a escala do *Kit Quantofix Peroxide 25*, que vai desde 0 até 25 e a escala a vermelho, que vai desde 0 a 0,8, sendo esta a escala utilizada pela PrecisionElite. Esta é obtida através da Equação 5. A quantidade de resíduos de peróxido tolerada na PrecisionElite é de 0,1 mg/rolha.

$$\text{Quantidade de resíduos de peróxido (mg/rolha)} = \frac{\text{concentração} \times 0,1 \text{ L}}{3 \text{ rolhas}} \quad (5)$$

Na PrecisionElite, este ensaio é efetuado sempre que as rolhas regressam à empresa depois de serem lavadas e desinfetadas. Se a quantidade de peróxidos for elevada, as rolhas ficam a arejar na estufa com o programa vento ligado ou ao ar para remover alguns desses peróxidos.

3.1.5. Quantificação dos cloroanisóis

Os cloroanisóis conforme referido no Capítulo 4, são os grandes contaminantes do vinho. Desta forma, e para controlar a sua quantidade, fazem-se análises para quantificar a sua presença nas rolhas. Para isso, é efetuada a análise das rolhas com recurso à cromatografia gasosa juntamente com SPME, sendo o principal estudo focado na quantidade de TCA da rolha.

Na PrecisionElite é efetuado o estudo do TCA à receção dos lotes e no controlo dos processos (Figura 58).

A fim de se preparar a amostra, é necessário inicialmente macerar-se num frasco de vidro de 1000 ml, 20 rolhas numa solução etanólica a 12% (v/v), durante 24 horas. De seguida, transfere-se o macerado para um frasco de 100 ml e prepara-se um frasco de 20 ml com 3 g de sal (NaCl). Com uma pipeta retira-se 100 μL de padrão de TCA 3 (2,3,6-tricloroanisol) e noutra pipeta 10 ml do macerado em amostra. A amostra padrão é preparada com uma concentração de 2 $\mu\text{g/L}$ e é utilizado TCA 3, pois este apresenta uma carga iónica inferior ao do TCA (2,4,6-tricloroanisol), resultando por isso num maior tempo de retenção na captura de eletrões.

Seguidamente o frasco é fechado, com uma tampa metálica com um septo de silicone e passa para o cromatógrafo gasoso com captura de eletrões. Inicialmente o frasco fica em pré-incubação durante 15 minutos a 50°C e com agitação. Durante esse tempo a fibra de polidimetilsiloxano é exposta ao *headspace* e vai extraíndo os compostos voláteis. A fibra posteriormente liberta esses compostos no injetor do cromatógrafo gasoso que se encontra a uma temperatura de 260 °C. Assim, os compostos vão-se separando ao longo da coluna cromatográfica. Esta opera em 2 fases, também chamadas de rampa de aquecimento: na primeira a coluna vai aquecendo desde 60 °C até se atingir os 155 °C, num aquecimento gradual aumentando 15 °C/min; na segunda fase vai desde os 155 °C até os 260 °C, num aquecimento também gradual, embora um pouco mais rápido do que na primeira (20 °C /min).



Figura 58: Esquema de como se efetua o ensaio da quantificação dos cloroanisóis.

Neste cromatógrafo os gases de arraste utilizados são o hélio e o azoto e o detetor é de captura de eletrões (ECD).

Este é seletivo para compostos eletronegativos, tais como compostos clorados, fluorados ou bromados. A sensibilidade seletiva aos compostos clorados faz com que este detector seja bastante útil na análise de TCA^{31,32}. Com este detector a empresa combina ainda a técnica de microextração em fase sólida (SPME).

O cromatografo gasoso utilizado (Figura 60) encontra-se dividido em 2 partes: o sistema automático de alimentação (autosampler) que se encontra assinalado por A e o cromatógrafo gasoso assinalado por B. Este é da marca *Ellutia*, modelo *200 series gas chromatograph* e é composto por uma coluna cromatográfica capilar com 30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro e 0,25 μm de espessura. O seu tempo de estabilização é de 1 minuto e o fluxo de gás de arraste utilizado é de 1,8 mL/min, estando o injetor a uma temperatura de 260 °C.

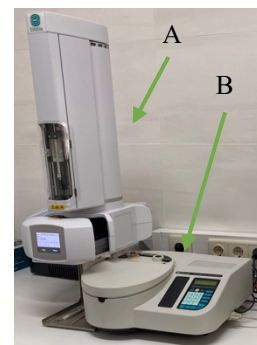
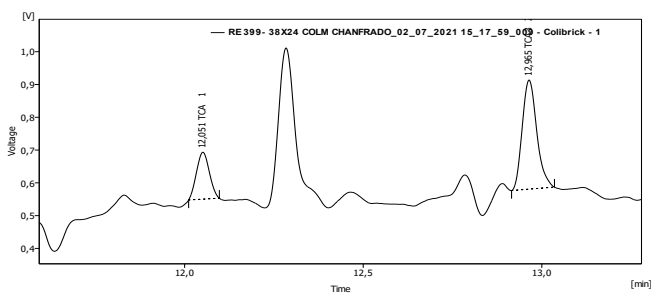


Figura 59: Cromatografo gasoso utilizado.

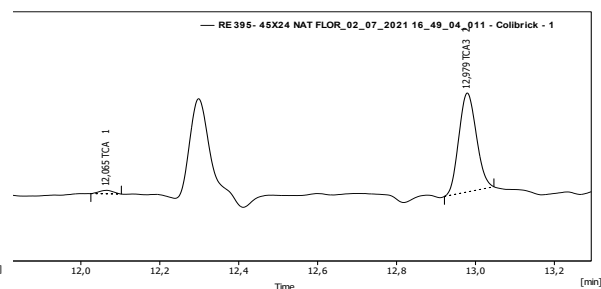
Este aparelho encontra-se ligado a um computador e através do software *Ellution Chromatography Data Station* obtém-se um cromatograma onde é possível identificar o pico de TCA da amostra e do padrão utilizado (TCA 3).

Nas Figuras 60 e 61, pode-se observar 2 cromatogramas obtidos pela empresa PrecisionElite:



Result Table (ISTD - RE 399- 38X24 COLM CHANFRADO_02_07_2021 15_17_59_009 - Colbrick - 1)						
Reten. Time [min]	Response	Amount% [%]	Peak Type	Compound Name	Amount [ng/L]	
1	12,051	357,030	100,0	TCA	7,191	
2	12,965	941,889	ISTD	TCA3	ISTD	
Total		100,0	ISTD1	TCA3	7,191	ISTD

Figura 60: Cromatograma de rolha colmatada chanfrada 38 x24 com TCA.



Result Table (ISTD - RE 395- 45X24 NAT FLOR_02_07_2021 16_49_04_011 - Colbrick - 1)						
Reten. Time [min]	Response	Amount% [%]	Peak Type	Compound Name	Amount [ng/L]	
1	12,065	59,475	100,0	TCA	0,783	
2	12,979	2116,256	ISTD	TCA3	ISTD	
Total		100,0	ISTD1	TCA3	0,783	ISTD

Figura 61: Cromatograma de rolha natural flor 45x24 sem TCA.

A identificação dos picos a que correspondem os compostos da amostra em estudo e o TCA 3, faz-se através da comparação do tempo de retenção (tR) de ambos no cromatograma. É chamado de tempo de retenção ao tempo que decorre desde que se injeta a amostra até que se tenha obtido o máximo do pico. Assim, ao saber-se o tempo de retenção do TCA 3, por exemplo na Figura 60, 12,965min e no TCA da amostra 12,051 min, conseguem-se identificar os picos destes.

Para se determinar a concentração de TCA na amostra em estudo, são necessárias retas de calibração para os intervalos de concentração conhecidos. Os utilizados são de 0,5 a 10 ng/L. A obtenção da reta de calibração tem por base a razão entre as áreas dos picos da amostra em estudo e do padrão interno utilizado versus a razão entre a concentração da amostra e de padrão interno.

Na indústria da cortiça são rejeitados valores de concentração de TCA superiores a 2 ng/L.

3.1.6. Determinação de capilaridade

O objetivo da capilaridade é verificar a capacidade que a rolha tem de absorver o vinho à superfície. Para isso é necessária uma solução etanólica de 12 % (v/v) misturada com corante azul de metileno, de forma a colorir a rolha e notar-se caso haja progressão externa na rolha.

Para este ensaio, coloca-se cerca de 2 mm de solução numa caixa de *Petri*. Adicionam-se as rolhas para analisar (Figura 62). Se forem encomendas grandes é necessário recorrer-se à tabela de amostragem que se encontra no Anexo A, página 57. Deixa-se repousar durante 24 horas, de seguida retiram-se as rolhas da solução e colocam-se sobre um papel de filtro para retirar o excesso de solução. Esperam-se uns minutos e verifica-se se houve ou não migração externa pela rolha (Figura 63), medindo-se posteriormente a progressão externa com o auxílio de uma régua (Figura 64).

Este ensaio é muito importante pois simula a migração da rolha quando está em contacto com o vinho após o engarrafamento. Desta forma e para controlar isso, este ensaio só é efetuado no fim da marcação e tratamento das rolhas.



Figura 62: Ensaio da capilaridade.



Figura 63: Resultado do ensaio da capilaridade sem progressão externa.



Figura 64: Resultado do ensaio da capilaridade com progressão externa.

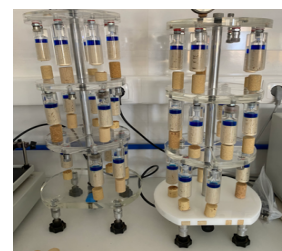
3.1.7. Determinação da estanquicidade/comportamento à vedação líquida

O ensaio de estanquicidade/comportamento à vedação líquida permite avaliar o comportamento de vedação das rolhas de cortiça depois destas serem engarrafadas. Este ensaio verifica a existência de progressão na rolha tanto a nível interno como a nível externo. Para isso utiliza-se uma solução hidroalcoólica a 12% (v/v) e tubos de vidro com diâmetro interno de $18,5 \pm 0,5$ mm ou de diferentes especificações, dependendo do tipo de garrafa que o cliente desejar.

Para este ensaio, a quantidade de amostra depende da quantidade de lote que se vai utilizar e por isso é necessário a tabela de amostragem que se encontra em Anexo A, página 57. Com o auxílio da engarrafadora automática (Figura 65), engarrafa-se os tubos de vidro com as rolhas da amostra, deixa-se estabilizar 1 hora. Após esse tempo introduz-se em cada tubo 5 ml da solução hidroalcoólica 15 % (v/v) corada, fixa-se os tubos na máquina de vedação (árvore de vedação) (Figura 66) e aguardam-se 10 minutos.



Figura 65: Engarrafadora automática.



Em seguida começa a aplicar-se pressão nas rolhas. Inicialmente a pressão é de 0,5 bar e observa-se o comportamento da rolha para verificar se existe fugas, depois aumenta-se de 0,5 bar em 0,5 bar de pressão de 10 em 10 minutos, até se atingir a pressão de 2 bar. Entre cada intervalo de pressão verifica-se sempre a perda de solução devido a possíveis fugas.

Figura 66.



No fim, regista-se a pressão a que ocorreu as fugas, caso tenha existido, e o número de rolhas que suportaram determinada pressão. As rolhas que tiveram fuga são retiradas durante o ensaio e são posteriormente abertas com a ajuda de um burro (faca utilizada na indústria rolheira) (Figura 67), para se apurar as possíveis causas.

Figura 67: Faca rolheira. (Burro)

Existem dois tipos de fuga de solução, podendo ocorrer pela parte exterior da rolha (Figura 68) ou pela parte interior (Figura 69).

O resultado da estanquicidade da amostra refere-se ao número de rolhas que apresentam fuga consoante determinada pressão. Este resultado é expresso em percentagem. Também se pode indicar a percentagem de progressão externa para cada rolha e a indicação da pressão, excluindo os casos em que houve prega da rolha devido ao engarramento. As rolhas que apresentam defeitos críticos que possam afetar a estanquicidade não são consideradas para o ensaio.

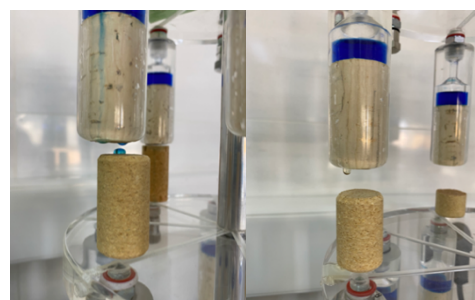


Figura 69: Fuga pela parte exterior.

Figura 68: Fuga pela parte interior.

3.1.8. Determinação do teor de Resíduos Sólidos (quantificação de poeiras)

A determinação do teor de resíduos sólidos tem como objetivo quantificar a quantidade de pó libertado pela rolha de cortiça após ter sido tratada. Para este ensaio enche-se um balão de *Erlenmeyer* de 500 ml com 250 ml de solução etanólica a 12 % (v/v) e colocam-se 4 rolhas da amostra (Figura 70). De seguida, coloca-se o balão no agitador orbital durante 20 minutos a uma velocidade entre 140 e 160 rpm. Durante esse tempo seca-se e estabiliza-se o conjunto (membrana com uma porosidade de $1,2 \mu\text{m}$ e o vidro de relógio) na estufa e posteriormente pesa-se numa balança a massa inicial m_1 com uma aproximação de 0,1 mg.

Após os 20 minutos, insere-se a membrana no conjunto de filtração e humidifica-se a uma pressão reduzida, verte-se a solução a analisar e inicia-se a filtração. No final lava-se com a ajuda de um funil para retirar todas as partículas.

Retira-se a membrana, coloca-se no respetivo vidro de relógio e volta-se a secar na estufa regulada a uma temperatura de 30 ± 2 °C durante 24 horas. Por fim, volta-se a pesar o conjunto (membrana e vidro de



Figura 70: Etapas do ensaio da determinação do teor de resíduos.

relógio) (m_2) com uma aproximação de 0,1mg. A quantidade de resíduo por rolha é expressa em mg/rolha e é obtido através da Equação 6:

$$Teor_{resíduos} = \frac{m_2 - m_1}{4 \text{ rolhas}} \quad (6)$$

3.1.9. Determinação da resistência à água fervente

A determinação da resistência à água fervente é o ensaio efetuado apenas às rolhas de cortiça aglomeradas e às rolhas de cortiça aglomeradas com discos naturais 1+1. Pode ser aplicado aos lotes adquiridos pela empresa e a lotes que vão ser expedidos.

Neste ensaio é colocada água numa panela e aquece-se até entrar em ebulição (Figura 71). Colocam-se as rolhas que se pretendem analisar e deixa-se ferver durante 1 hora. Por fim retiram-se as rolhas, escorrem-se e deixam-se secar durante 15 minutos à temperatura ambiente. Após esse tempo procede-se à análise visual das rolhas analisando o plano de colagem dos aglomerados e no caso das rolhas 1+1 analisam-se também os discos.

O resultado do ensaio exprime-se pela indicação de ausência ou existência de desagregação do aglomerado e pela verificação de ausência de abertura total ou parcial e descolagem dos discos. Considera-se que não há desagregação quando todas as rolhas resistem ao ensaio.



Figura 71: Ensaio de resistência à água fervente.

3.1.10. Controlo das classes visuais

O controlo das classes visuais é realizado para rolhas naturais e colmatadas. Neste momento não é efetuado na PrecisionElite uma vez que quando compram os lotes de rolhas de cortiça estas já estão separadas por classes definidas.

Apesar disso, existem ainda alguns clientes que pedem um controlo mais rigoroso. Nesses casos é feito um controlo mais apertado na escolha das rolhas por parte da escolhedoras.

Neste ensaio retiram-se algumas amostras de acordo com a tabela das amostras Anexo A, página 57 dos lotes em estudo (Figura 72). Verifica-se a qualidade e separa-se a amostra em classes, isto é, na classe nominal e em classes acima e abaixo. Separam-se também os defeitos críticos da rolha bem como outros tipos de defeito.

O número de rolhas de cada classe e defeitos é registado no relatório de controlo de qualidade, onde são calculadas as percentagens de cada classe e de defeitos. Na Tabela 5 encontra-se o critério de aceitação das classes para as rolhas rececionadas. Estas são comparadas com as amostras padrão de classes já existentes e são posteriormente classificadas.

Tabela 5: Critério para aceitação das classes. A- aceita/ R-rejeita

Classes	Classe Abaixo (fraco)	Classe Acima	Classe Nominal
Extra	$A \leq 5\%$	Aceita Sempre	Mínimo 80%
Superior	$R > 5\%$		
1º	$A \leq 5\%$	Aceita Sempre	Mínimo 80%
2º	$R > 5\%$		
3º	$A \leq 5\%$	Aceita Sempre	Mínimo 80%
4º	$R > 5\%$		
5º	$A \leq 5\%$	Aceita Sempre	5º/6º
6º	$R > 5\%$		



Figura 72: 1ºrolha da esquerda para a direita é flor, 2ºextra, 3ºsuperior.

3.1.11. Determinação da recuperação dimensional após compressão

O ensaio de determinação da recuperação dimensional após a compressão tem como base o estudo do comportamento da rolha após esta ser comprimida e a sua expansão. Este ensaio é importante pois avalia a recuperação da rolha após ser comprimida para entrar na garrafa e o seu ajuste ao gargalo.

Para isso, retira-se uma amostra de rolhas do lote, dependendo do tamanho do lote é necessário verificar a amostra na tabela de amostragem (Anexo A, página 57), numera-se e verifica-se os anos de crescimento de forma a estes ficarem perpendiculares ao paquímetro. Mede-se o diâmetro da rolha e regista-se o valor, d_1 .

Com uma caneta marcam-se os pontos de contacto onde foi inserido o paquímetro para a medição. Coloca-se a rolha entre as maxilas do engarrafador automático e comprime-se a rolha entre 15,5 mm e 16 mm. De seguida faz-se a rolha sair, tal como se fosse um engarrafamento e espera-se 3 minutos. Após esse tempo, volta-se a medir o diâmetro da rolha com o paquímetro com as hastes nas marcas anteriormente feitas e regista-se o valor obtido, d_2 (Figura 73).

A percentagem de recuperação do diâmetro da rolha após o período de compressão é obtida pela Equação 7 e o resultado final obtém-se através da média aritmética dos resultados individuais da amostra, arredondando às unidades.

$$\text{Percentagem de recuperação} = \frac{d_2}{d_1} \times 100\% \quad (7)$$



Figura 73: Ensaio de recuperação dimensional.

3.1.12. Determinação da absorção

O ensaio da determinação de absorção é apenas efetuado nas rolhas micro e tem como objetivo verificar a quantidade de água absorvida pela rolha, de forma a testar a quantidade de vinho que estas absorveriam quando em contacto com o mesmo. Neste ensaio é necessária uma balança analítica, um frasco de 250 ml, uma estufa e água destilada. Inicialmente numeram-se as rolhas da amostra em estudo (Figura 74).

Pesa-se a amostra individualmente e regista-se os valores de massa inicial (m_i), colocam-se as rolhas dentro do frasco de 250 ml e perfaz-se o seu volume com água destilada. Seguidamente insere-se dentro de uma estufa a 50 ± 5 °C durante cerca de 72 horas.

Ao fim desse tempo retiram-se as rolhas de dentro do frasco e dispõem-se em pé sobre uma folha de papel de filtro, com outra folha por cima destas, durante 30 minutos de forma a retirar o excesso de água destilada. Após os 30 minutos, volta-se a pesar as rolhas e regista-se o valor de massa final (m_f) obtido, para se proceder ao cálculo da percentagem de água/vinho absorvido pela rolha, através da Equação 8.

$$\text{Percentagem de absorção} = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100\% \quad (8)$$

Apenas são aceites lotes de rolhas com uma percentagem de absorção inferior a 40%.

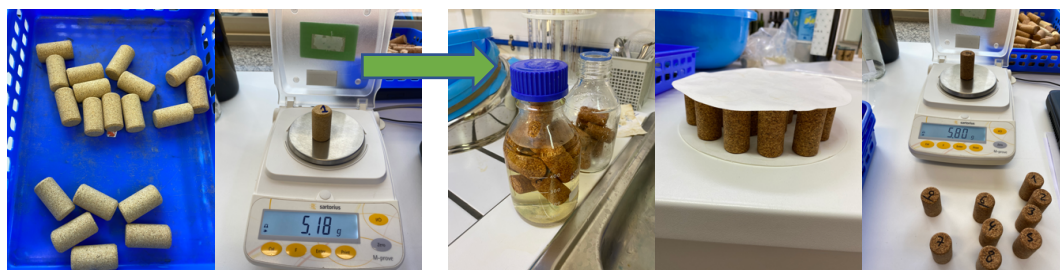


Figura 74: Procedimento do ensaio de determinação de absorção das rolhas micro.

3.1.13. Descrição do procedimento do ensaio mecânico de determinação da força de extração

O ensaio da força de extração permite avaliar a força que é efetuada aquando da extração da rolha da garrafa, permitindo verificar se o tratamento está adequado.

Neste ensaio, as rolhas utilizadas dependem da quantidade de lote. Assim é necessário verificar a tabela de amostragem que se encontra no Anexo A, página 57, e apenas é efetuado depois das rolhas estarem devidamente marcadas e tratadas segundo as especificações do cliente.

As rolhas que se pretendem analisar são inseridas numa engarrafadora automática (Figura 75) e posteriormente inseridas no gargalo da garrafa.

Deixa-se estabilizar durante 1 hora. Após esse período insere-se o saca-rolhas até que a sua haste fique 3 mm fora da rolha, fixa-se o

gargalo com o saca-rolhas na base da máquina de força de extração (*ExtraLab* da marca *Egitron*) (Figura 76), coloca-se em movimento e retira-se a rolha. No fim, regista-se o valor máximo obtido para a força de extração, a partir da unidade de leitura do aparelho.

A força de extração da amostra é a média aritmética dos resultados obtidos da força de extração do lote. O resultado final é expresso em decaNewton (daN), arredondado à décima.



Figura 75: Máquina de engarrafar automático.



Figura 76: Máquina da força de extração em movimento.

3.1.14. Descrição do procedimento de análise sensorial

Para uma análise mais detalhada da qualidade das rolhas de cortiça é efetuada uma análise sensorial apenas nas rolhas naturais e nas rolhas colmatadas de forma a identificar aromas que possam provocar alterações nas propriedades organolépticas do vinho.

A análise sensorial tem como base dois métodos possíveis: cheirando o macerado das rolhas ou cheirando diretamente a rolha através de uma máquina de *snifing*, embora este último ainda não se encontre certificado.

No método de maceração são utilizados frascos de 250 ml, 25 rolhas da amostra que se pretende analisar, e água destilada, ou uma solução hidroalcoólica (12 % v/v) ou outro simulador do vinho. Para lotes até 10.000 rolhas analisam-se um total de 50 rolhas, já para lotes entre 10.000 e 5.000 analisam-se 80 rolhas (ver anexo A, tabela de amostragem).

Posteriormente, colocam-se as rolhas nos frascos e perfaz-se o seu volume com a solução. Deixa-se repousar durante 24 h e identificam-se os frascos. Passado esse tempo, realiza-se o exame sensorial do macerado e das rolhas, através do *snifing* dos mesmos e é preenchida uma folha de registos que se encontra no Anexo B comparando o aroma detetado com a roda dos aromas (Figura 77).



Figura 77: Snifing efetuado através do macerado.

Através do *snifing* é possível detetar diferentes odores que se encontram presentes na cortiça dependendo da sua concentração, pois existe um limite de perceção sensorial para cada odor, como podemos ver no Capítulo 4.

O segundo método é efetuado através de uma máquina de snifing (Figura 78), onde as rolhas passam por um tapete dentro de uma câmara de pré-aquecimento. É necessário treinar um operador de forma a aprimorar as suas capacidades sensoriais, com o objetivo de detetar corretamente os odores contaminantes. A máquina de *snifing* aquece até 250 °C e vai libertando as rolhas a uma velocidade constante enquanto o operador procede ao *snifing* e as separa em 3 setores diferentes: rolhas com defeitos (partidas, com repasse, etc), rolhas conformes e rolhas não conformes (rolhas com cheiro). É importante realçar que durante esta técnica o operador tem de ser trocado de hora a hora, de forma a garantir a qualidade do *snifing*.



Figura 78: Snifing através de uma máquina.

Capítulo 4: Tratamento dos resultados

Foram efetuados os ensaios anteriormente descritos durante o período de 1 de Abril a 30 de Junho de 2021. Estes ensaios foram analisados recorrendo ao programa Microsoft Excel, versão 2019.

Nesta análise foram efetuados os ensaios referentes a todos os tipos de rolha (colmatadas, naturais, microaglomerado e 1+1), à receção e à expedição das rolhas. Para cada tipo de rolha, apenas foram estudados os calibres mais habituais:

- Rolhas naturais: 49x24;45x24.
- Rolhas colmatadas:49x24;45x24;38x24.
- Rolhas microaglomerados:44x24;38x24.
- Rolhas 1+1: 44x23,5.

Uma vez que a PrecisionElite compra rolhas já fabricadas a fornecedores diferentes, compararam-se os resultados obtidos pelos ensaios de controlo de qualidade à receção para as rolhas produzidas pelos fornecedores A, B, C, D, E e F, para os diferentes tipos de rolhas.

É importante realçar que os ensaios referentes às rolhas colmatadas à receção não foram efetuados durante o período de estudo, uma vez que as rolhas foram compradas antes deste. Apesar disso efetuaram-se os ensaios à expedição.

4.1. Ensaio Realizados

4.1.1. Determinação das dimensões e ovalidade

O ensaio da determinação das dimensões e ovalidade é efetuado através do *Medcork*, sendo importante ter em atenção as dimensões de uma rolha, pois esta influência a performance da vedação da garrafa. Assim, é necessário cuidado na hora de escolher as dimensões da rolha face ao diâmetro interno do gargalo da garrafa a utilizar, tendo em consideração que a rolha consegue aguentar uma compressão de 30% do seu diâmetro quando inserida no gargalo. É importante também verificar o comprimento da rolha, pois esta deve encontrar-se a 15 mm do limite do vinho de forma a permitir espaço, caso haja uma expansão do líquido resultante do transporte ou das condições térmicas do estágio.

É também importante avaliar a ovalidade pois uma rolha oval pode permitir fugas de vinho.

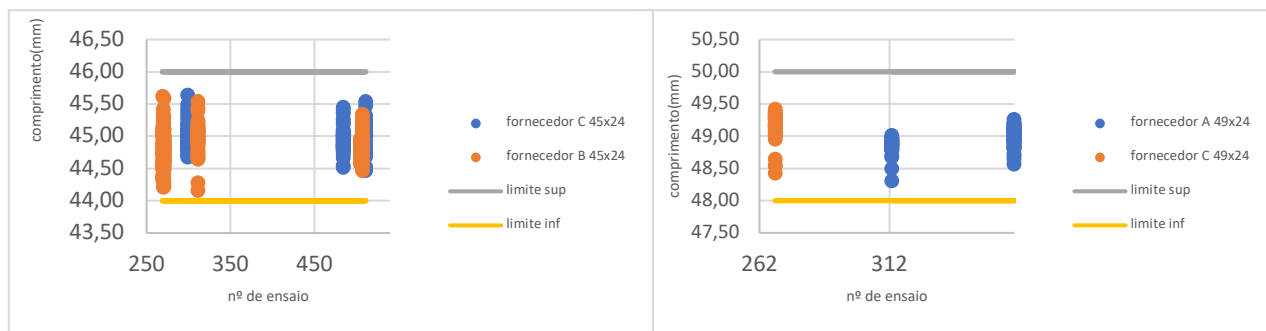


Figura 79: Gráficos do ensaio de comprimento das rolhas naturais.

Através da Figura 79 consegue-se observar que o comprimento das rolhas naturais em estudo, encontra-se dentro dos limites superior e inferior, impostos pela empresa *PrecisionElite*.

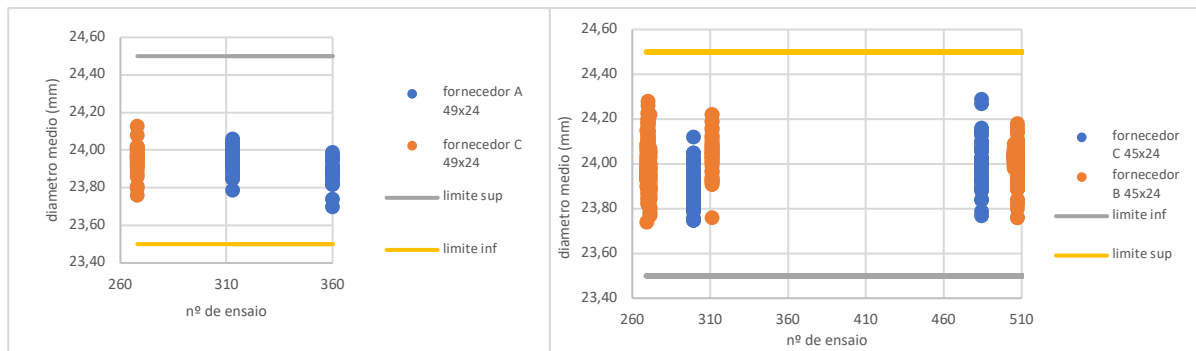


Figura 80: Gráficos do ensaio do diâmetro médio das rolhas naturais.

A nível do diâmetro das rolhas naturais (Figura 80), estas encontram-se dentro dos limites superiores e inferiores da empresa e o fornecedor C apresenta valores semelhantes aos valores do fornecedor A, para os dois calibres.

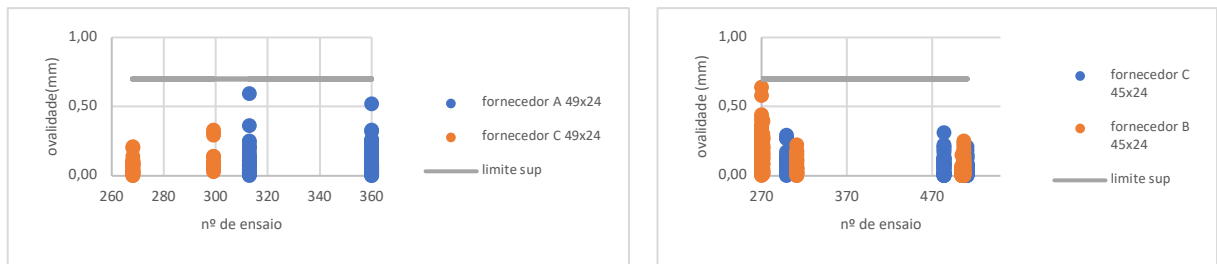


Figura 81: Gráficos do ensaio da ovalidade das rolhas naturais.

No ensaio da ovalidade (Figura 81), observa-se que os valores se encontram abaixo do limite superior tanto no calibre 49x24 como no 45x24, o que permite concluir que a nível de dimensões as rolhas naturais estão conformes.

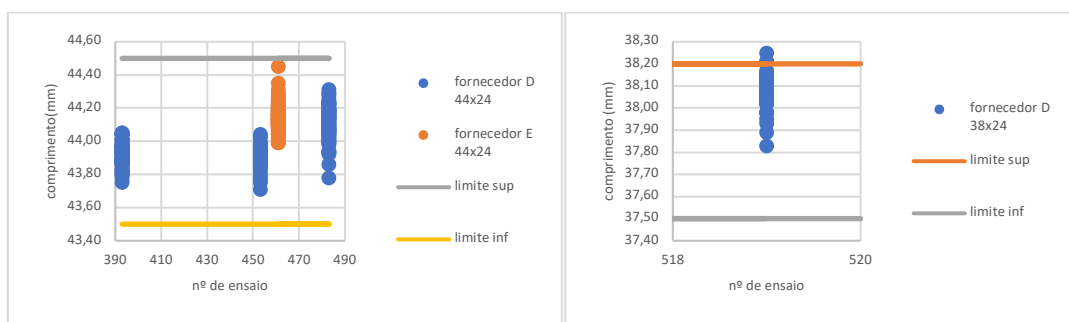


Figura 82: Gráficos do ensaio de comprimento das rolhas micro/aglomeradas.

As rolhas micro/aglomeradas (Figura 82), encontram-se entre os limites da empresa, apesar de existir uma percentagem de 6% de rolhas que está acima do limite superior no calibre 38x24.

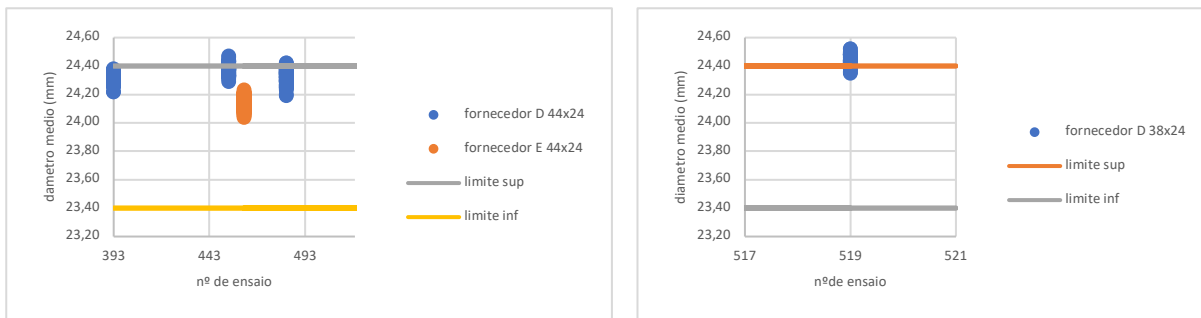


Figura 83: Gráficos do ensaio do diâmetro médio nas rolhas micro/aglomerado.

Verificou-se (Figura 83), no caso do fornecedor D, tanto no calibre 44x24 bem como no 38x24, que existe uma percentagem de rolhas acima do limite superior, imposto pela empresa. A percentagem de rolhas do calibre 38x24 é de 80% não podendo ser aceites pela empresa, no caso do calibre 44x24 foi uma percentagem de 5%. Nestes casos a empresa manda retificar para diminuir o diâmetro.

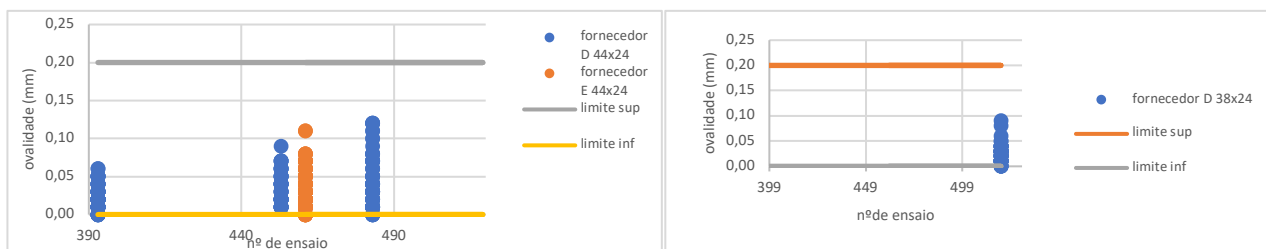


Figura 84: Gráficos do ensaio de ovalidade das rolhas micro/aglomerado.

Relativamente ao ensaio da ovalidade (Figura 84), ambos os calibres estão dentro dos limites impostos pela empresa, indicando a conformidade destas rolhas.

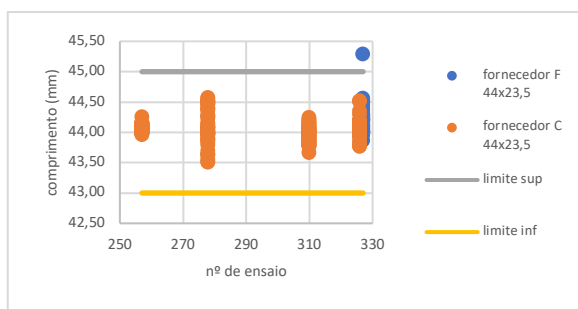


Figura 85: Gráfico do ensaio de comprimento das rolhas 1+1 MC.

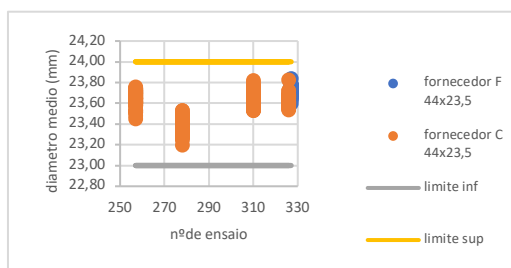


Figura 86: Gráfico do ensaio do diâmetro médio das rolhas 1+1 MC.

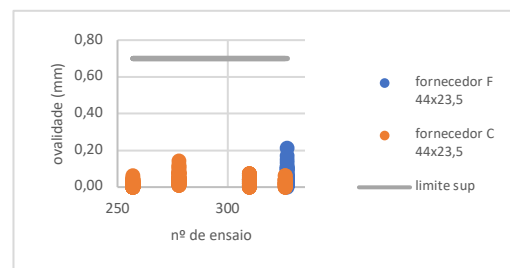


Figura 87: Gráfico do ensaio de ovalidade das rolhas 1+1 MC.

Para as rolhas 1+1 MC (Figuras 85, 86, 87), todos os ensaios estão de acordo com os limites à exceção do ensaio do comprimento, em que existe um ponto fora do limite superior, o que indica uma percentagem muito baixa, sendo consideradas conformes.

4.1.2. Determinação da massa e da massa volúmica aparente

O ensaio da determinação da massa e da massa volúmica aparente é muito importante, uma vez que é a partir da massa volúmica que se consegue verificar a homogeneidade dos lotes.

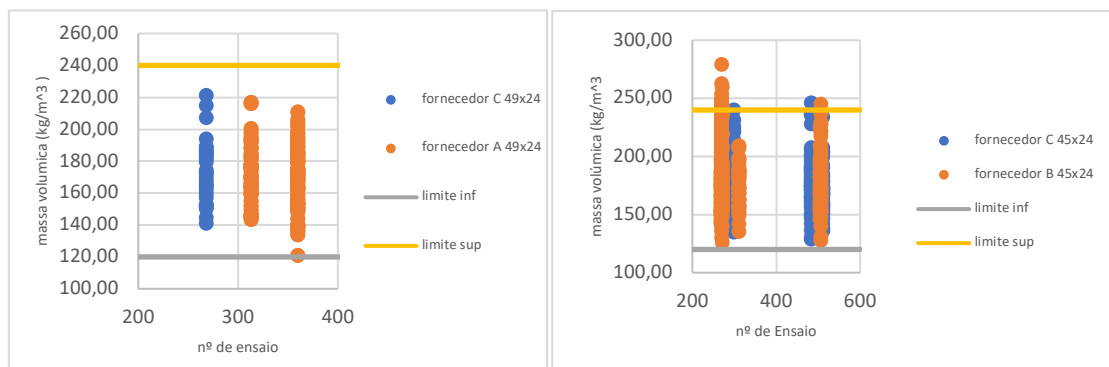


Figura 88: Gráficos referentes ao ensaio da determinação da massa volúmica nas rolhas naturais.

Nas rolhas naturais (Figura 88) consegue-se concluir que o fornecedor B apresenta valores superiores ao limite superior, que para este tipo de rolha é de 240kg/m³, ou seja, de acordo com este ensaio as rolhas do fornecedor B têm uma maior percentagem de rolhas não conforme (4%).

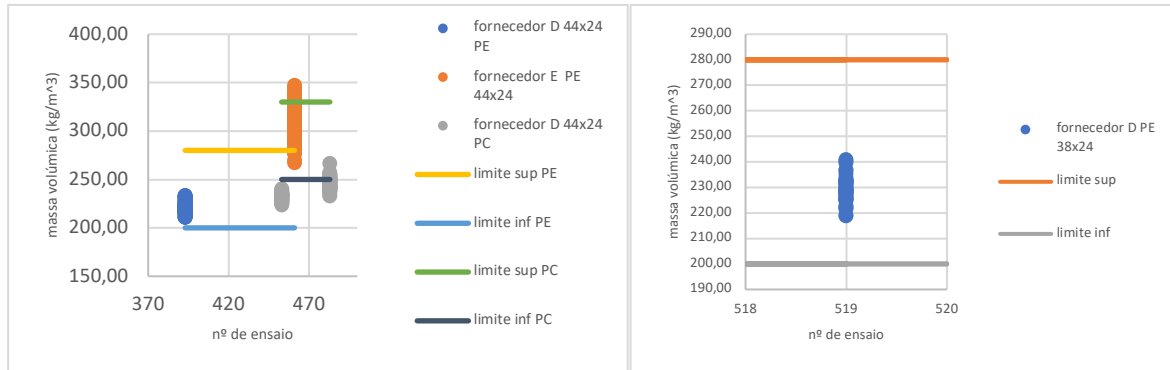


Figura 89: Gráficos referentes ao ensaio da determinação da massa volúmica nas rolhas microaglomerado.

Nas rolhas microaglomeradas (Figura 89) os fornecedores são diferentes e consegue-se observar que o fornecedor E tem 94 % dos valores de massa volúmica muito superiores às especificações, limite superior de 280 kg/m³, ou seja, estas rolhas não poderão ser aceites. A empresa possui uma calibradora que permite seleccionar as rolhas de acordo com o peso, funcionando como uma triagem separando as rolhas não conformes.

Relativamente às rolhas micro PE os valores são muito dispares entre os dois fornecedores. Confirmou-se, tal como seria de prever que os valores da massa volúmica das rolhas PE, (rolhas com maior granulometria), foram inferiores aos das rolhas Precision (PC) (rolhas com menor granulometria, sendo por isso mais pesadas).

Através destes gráficos consegue-se observar também que quanto maior for o comprimento da rolha, maior são os valores da sua massa volúmica.

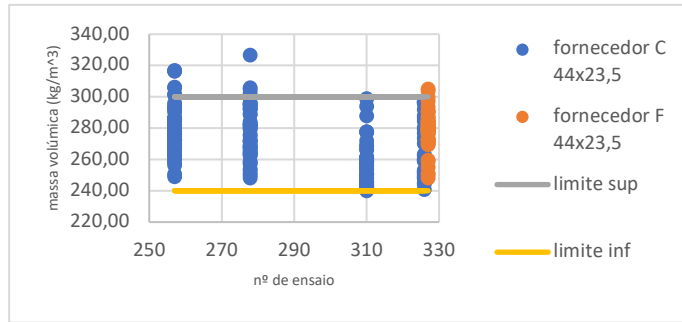


Figura 90: Gráfico referente às rolas 1+1 MC.

As rolas 1+1 MC (Figura 90) apresentam valores dentro das especificações, limite superior 300 kg/m³ e limite inferior de 240 kg/m³. Apesar de existirem 5% dos valores acima do limite superior não são significativo, ou seja, não se descartaram os lotes em estudo.

4.1.3. Determinação do teor de humidade

No ensaio da determinação do teor de humidade, este deve encontrar-se entre os valores de 4 a 8%.. Caso estes estejam inferiores a 4% sofrem um processo de hidratação, ou seja, adiciona-se água. No caso de serem superiores a 8% sofrem um processo de secagem na estufa. Este ensaio é efetuado individualmente a cada rolha.

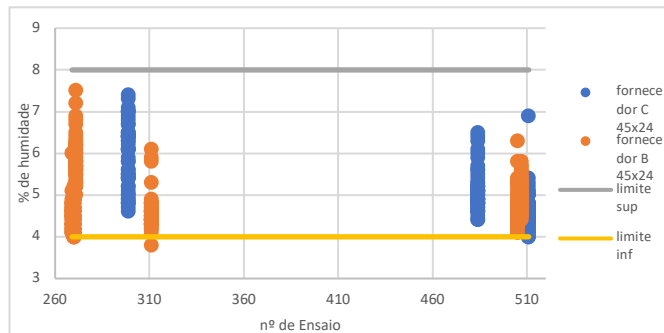


Figura 91: Gráfico do ensaio do teor de humidade das rolas naturais.

Nas rolas naturais (Figura 91) apenas houve uma rolha fora dos limites inferiores impostos pela empresa, o que indica que não foi necessário hidratar, ou ir para a estufa.

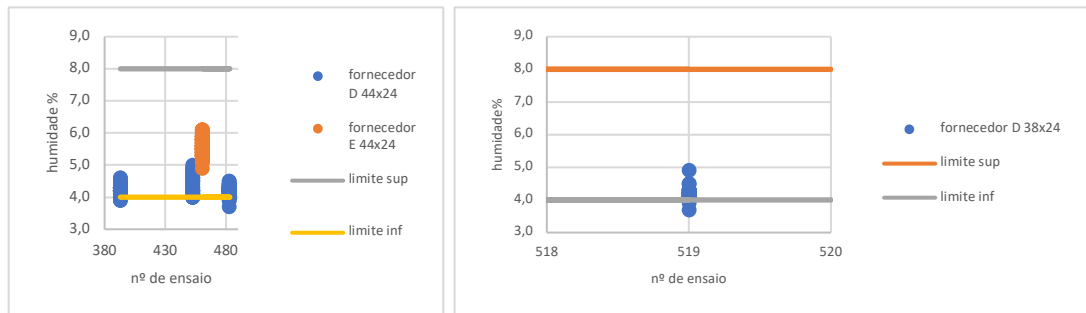


Figura 92: Gráficos do ensaio do teor de humidade das rolas micro/aglomerados.

As rolhas microaglomeradas (Figura 92) estão dentro dos limites impostos pela empresa, apesar de se ter verificado, no caso do fornecedor D, uma percentagem 2% de rolhas fora do limite inferior no calibre 44x24 e uma percentagem de 4% no calibre 38x24.

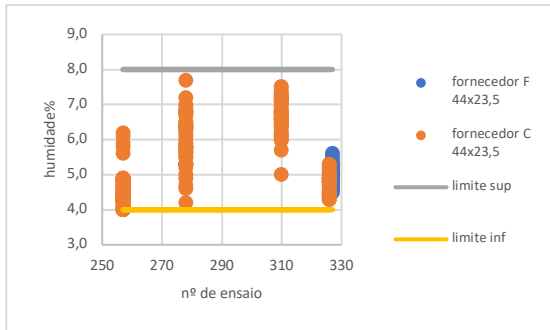


Figura 93: Gráfico do ensaio do teor de humidade dos discos das rolhas 1+1 MC.

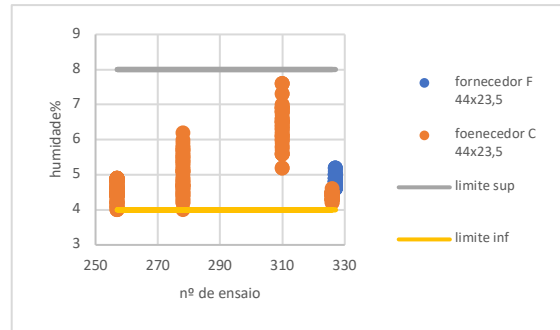


Figura 94: Gráfico do ensaio do teor de humidade dos corpos das rolhas 1+1 MC.

A nível das rolhas 1+1 MC (Figura 93 e 94), é medido o teor de humidade no corpo das rolhas bem como nos discos. Desta forma existem dois gráficos da medição do teor de humidade.

Através dos gráficos consegue observar-se que tanto os discos como os corpos das rolhas se encontram dentro dos limites impostos pela empresa, o que indica que a nível deste ensaio as rolhas se encontram conformes.

4.1.4. Determinação do teor de peróxidos

O teor de peróxidos deve estar entre 0 e 0,1 mg/rolha. As rolhas que apresentam um elevado nível de peróxidos devem ficar na estufa com ventilação, ou ao ar, de forma a baixar os níveis de peróxido.

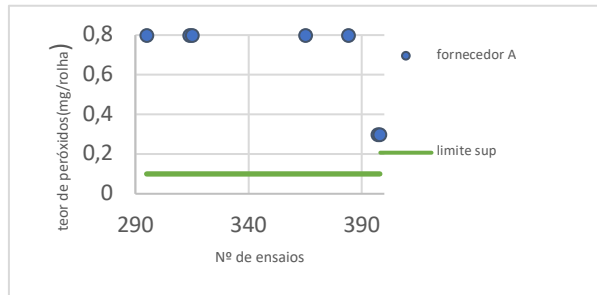


Figura 95: Gráfico do teor de peróxidos das rolhas naturais.

No caso das rolhas naturais (Figura 95), o fornecedor A apresenta uma percentagem de 37% de rolhas fora do limite superior permitido pela empresa, por isso foram metidas na estufa com o programa vento até se medir novamente o teor de peróxidos e este estar dentro dos limites. Como é possível controlar este teor, estas rolhas são aceites após as medições serem inferiores a 0,1 mg/rolha.

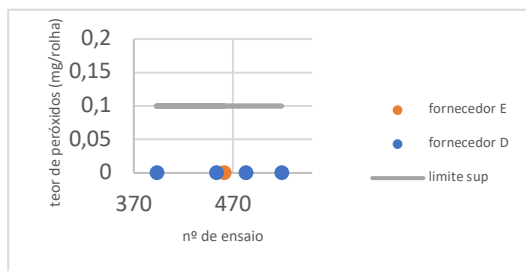


Figura 96: Gráfico do teor de peróxidos nas rolhas microaglomeradas

As rolhas microaglomeradas (Figura 96) em estudo apresentaram todas níveis 0 de teor de peróxidos, o que indica que todas as rolhas se encontram dentro dos limites e por sua vez todas são conformes, isto deve-se ao facto destas rolhas serem todas de lavação natural. Este gráfico permite concluir também que as rolhas micro compradas não sofreram um processo de lavação com uma elevada concentração de peróxidos.

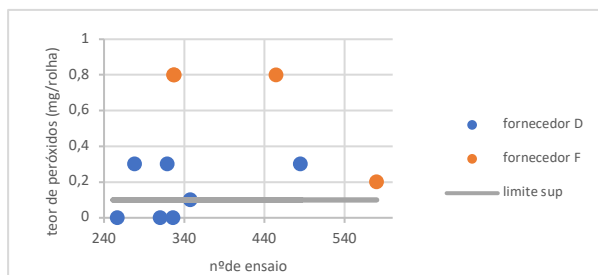


Figura 97: Gráfico do ensaio do teor de peróxidos das rolhas 1+1 MC.

No caso das rolhas 1+1 MC (Figura 97), as rolhas do fornecedor F encontram-se totalmente fora do limite superior impostos pela empresa, o que indica que em comparação com o fornecedor D, estas rolhas necessitam de ficar na estufa, o que irá atrasar a continuação do processo até chegar ao cliente. Apesar disso, estas rolhas são aceites após o as medições serem inferiores a 0,1 mg/rolha. O fornecedor D apresenta uma percentagem de 50% de rolhas não conformes.

4.1.5. Quantificação dos cloroanisóis (TCA)

O ensaio de quantificação dos cloroanisóis é efetuado sempre à receção das rolhas na fábrica, de forma a combater possíveis contaminações do vinho através de TCA presente nas rolhas. O nível máximo de TCA permitido pelo CIPR¹ é de 2 ng/L. Desta forma, por cromatografia e através da técnica de SPME é possível calcular-se o TCA presente num macerado de rolhas.

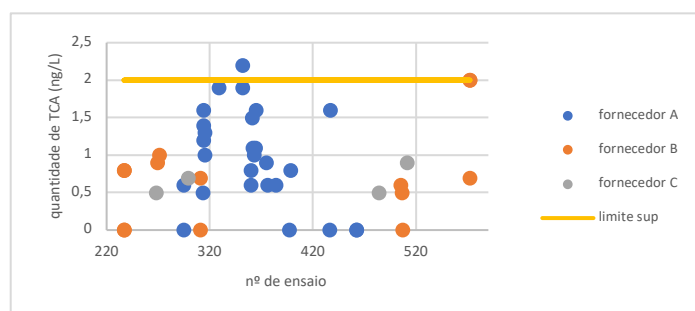


Figura 98: Gráfico do ensaio de quantificação de TCA das rolhas naturais.

Através da Figura 98 observa-se que apenas um ensaio se encontra com níveis de TCA acima do limite. Desta forma as rolhas do lote em estudo são devolvidas ao fornecedor, uma vez que excedem o limite permitido. Apesar disso, o fornecedor A é o que se encontra com mais lotes com valores de TCA de <LD e <LQ, estes valores não são detetados pelo cromatografo no caso de LD e/ou são muito baixos, que o cromatografo não consegue quantificar (LQ), sendo por isso representados no gráfico como 0.

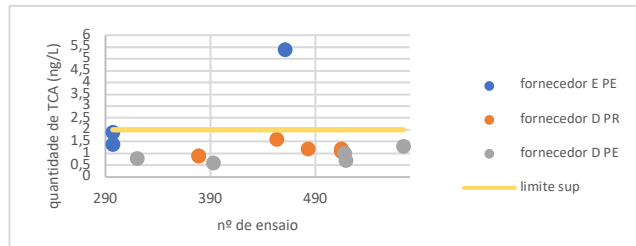


Figura 99: Gráfico do ensaio de quantificação de TCA das rolhas microaglomeradas.

As rolhas microaglomeradas (Figura 99) apresentam apenas um lote fora dos limites. Estes valores podem ser devido a aparas de rolhas com TCA que posteriormente foram trituradas e que são aproveitados para se formar este tipo de rolha. Os restantes estão dentro do limite imposto pela empresa.

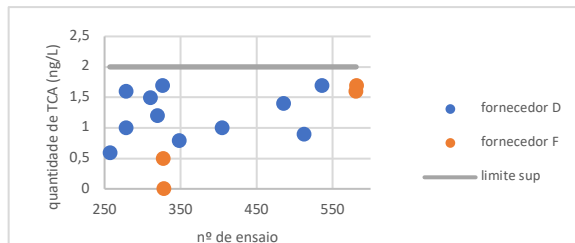


Figura 100: Gráfico de quantificação de TCA das rolhas 1+1 MC.

No ensaio de quantificação de TCA das rolhas 1+1 MC (Figura 100), todos os fornecedores se encontram dentro dos limites de TCA imposto pela empresa.

4.1.6. Determinação da resistência à água fervente

Este ensaio apenas foi efetuado nas rolhas 1+1MC, com o objetivo de verificar a resistência das mesmas quando fervidas.

Para este ensaio, foi criada uma escala numérica, em que: 1-corresponde a rolha sem degradação do aglomerado nem do plano de colagem do corpo e dos discos; 2- descolou 10% dos discos sem degradação do corpo; 3- descolou 20% dos discos sem degradação do corpo; 4- o corpo desagregou-se 30%; 5-descolamento quase total (80%) do disco.

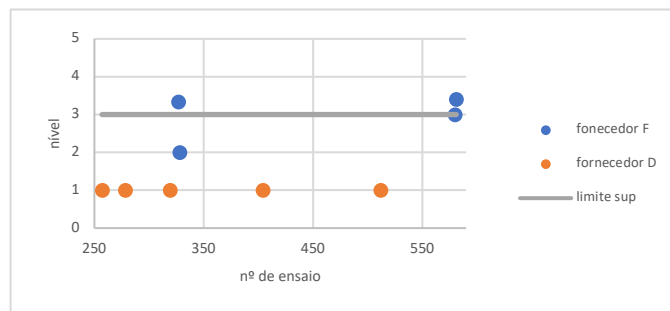


Figura 101: Gráfico do ensaio da água fervente nas rolhas 1+1 MC.

Para a empresa o limite permitido é descolagem dos discos até 20% sem degradação do corpo, com base na Figura 101 observa-se que o fornecedor F tem 50% das rolhas acima do limite aceitável, sendo por isso rejeitadas.

4.1.7. Análise sensorial

A análise sensorial é apenas efetuada nas rolhas naturais, pois tanto as rolhas 1+1 e as micro, têm nas suas constituições cola o que dificulta o *snifing*.

Neste ensaio foi efetuado um sistema de escala numérica, em que: 1- cheiro muito ligeiro ou até nulo; 2- cheiro muito ligeiro; 3- cheiro moderado; 4- cheiro intenso; 5- cheiro muito intenso. Dentro do sistema de escala estão incorporados os diferentes tipos de cheiros que se podem detetar com o auxílio da roda dos aromas. Para calcular a percentagem de não conformidades, divide-se o número de rolhas com não conformes, pelas rolhas da amostra em estudo.

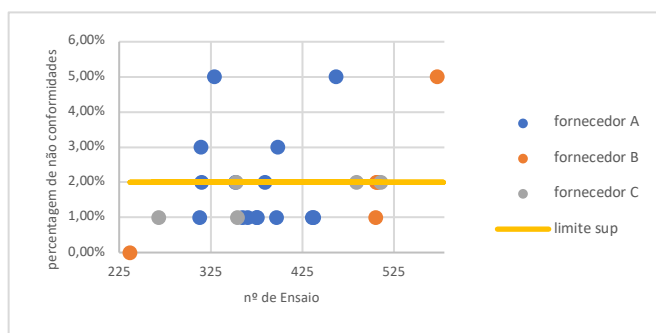


Figura 102: Gráfico do ensaio sensorial nas rolhas naturais.

O limite de aceitação neste ensaio é de 2% de não conformidades. Na Figura 102 o fornecedor A apresenta uma percentagem de 27% de rolhas acima do limite, já o fornecedor B apresenta uma percentagem de 20%, sendo estes lotes rejeitados.

4.1.8. Determinação da capilaridade

Este ensaio é efetuado depois das rolhas serem marcadas e tratadas. A capilaridade é influenciada pelo tratamento da superfície da rolha com parafina que permite que não haja absorção do vinho pelas rolhas. Por isso estuda-se a capilaridade das rolhas e caso se verifique necessário adiciona-se mais parafina.

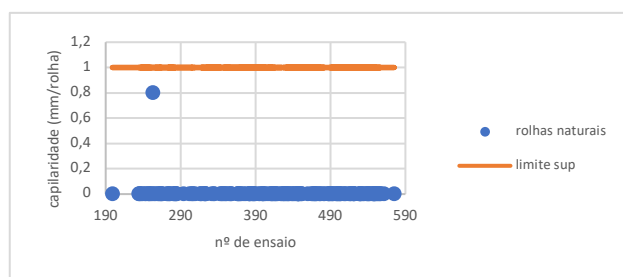


Figura 103: Gráfico do ensaio de determinação da capilaridade das rolhas naturais.

Na Figura 103 todos os valores de capilaridade são inferiores ao limite, as rolhas estão de acordo com os limites da empresa, ou seja, estão conformes. Apesar de existir um valor mais alto, 0,8 não é significativo.

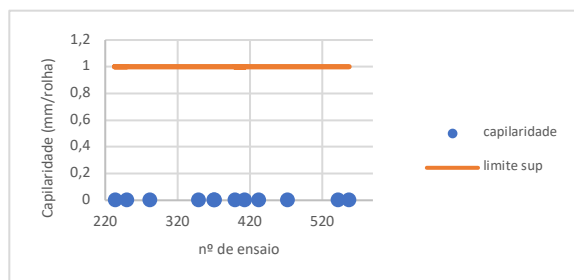


Figura 104: Gráfico do ensaio de determinação da capilaridade nas rolhas colmatadas.

Nas rolhas colmatadas (Figura 104), todas apresentam valores de capilaridade de 0 mm/rolha. A empresa utiliza produtos à base de silicone e parafina para cada tipo específico de rolhas e com uma dosagem conhecida dependendo do calibre, o que permite não existir capilaridade.

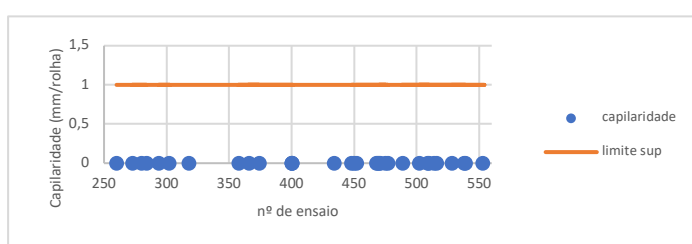


Figura 105: Gráfico do ensaio da determinação da capilaridade das rolhas microaglomeradas.

Tal como nas rolhas colmatadas (Figura 105), as rolhas microaglomeradas não apresentaram qualquer capilaridade durante o período em estudo.

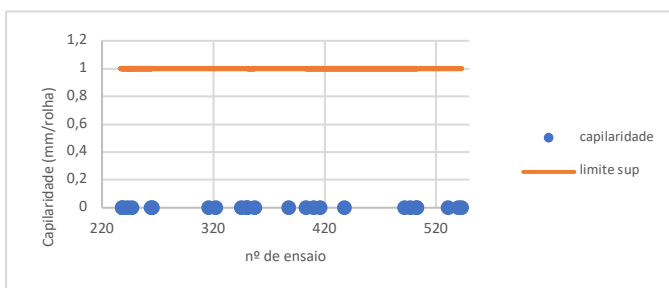


Figura 106: Gráfico do ensaio da determinação de capilaridade nas rolhas 1+1 MC

As rolhas 1+1 MC (Figura 106), também não apresentam capilaridade, o que indica que as rolhas estão conformes de acordo com os limites impostos pela empresa.

4.1.9. Determinação da Força de extração

A força de extração é um ensaio que é efetuado para qualquer tipo de rolha antes destas serem enviadas para os clientes. Este tem como objetivo verificar se o tratamento das rolhas está bem efetuado, pois a força de extração está ligada diretamente com a quantidade de silicone utilizada no tratamento. Quando a rolha tem pouco silicone, tem uma maior aderência ao gargalo e a força de extração é muito alta.

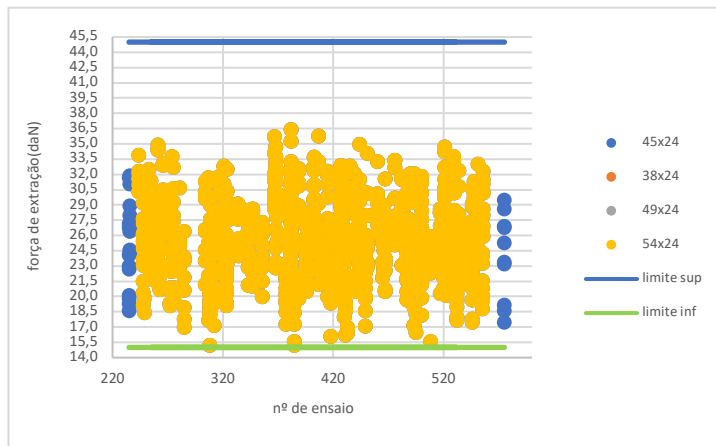


Figura 107: Gráfico do ensaio da determinação da força de extração nas rolhas naturais

Através da Figura 107 consegue-se observar que a grande massa dos valores de força de extração, encontram-se entre os dois limites, apesar de existirem 3 valores sobre o limite inferior, estes não necessitam de mais silicone no seu tratamento, sendo por isso considerados todos conformes.

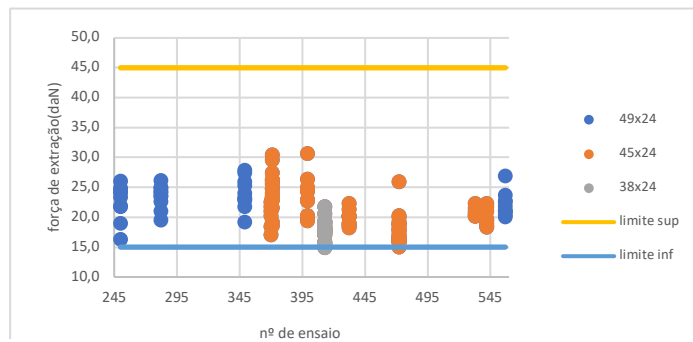


Figura 108: Gráfico do ensaio da força de extração nas rolhas microaglomeradas.

As rolhas microaglomeradas (Figura 108) não apresentam valores de força de extração fora dos limites impostos pela empresa, o que indica que a quantidade de silicone adicionada no tratamento das rolhas encontra-se na dose correta.

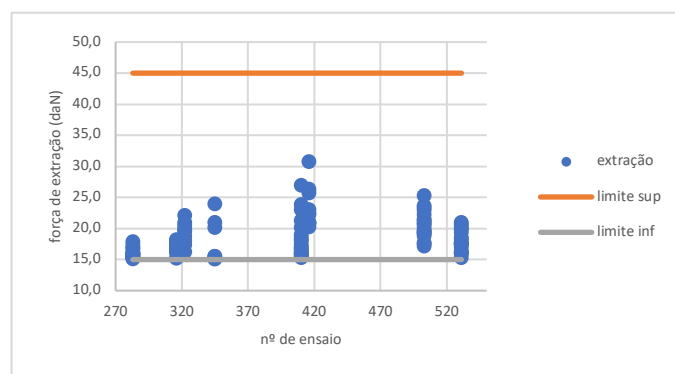


Figura 109: Gráfico do ensaio da força de extração nas rolhas 1+1 MC.

No caso das rolhas 1+1 MC (Figura 109), estas encontram-se dentro dos limites impostos pela empresa o que indica que estão todas conformes.

4.1.10. Determinação da estanquidade/ comportamento à vedação líquida

O ensaio da determinação da estanquidade/comportamento à vedação líquida tem como objetivo prever e avaliar o comportamento das rolhas simulando o engarrafamento real e as possíveis condições a que estas são sujeitas, quer no transporte quer no estágio do vinho. Segundo a empresa, para o tipo de vinho em estudo (vinho tranquilo) as rolhas devem ser estanques até uma pressão de 1,5 bar. É importante realçar que este ensaio apenas é efetuado para rolhas naturais depois de marcadas e tratadas.

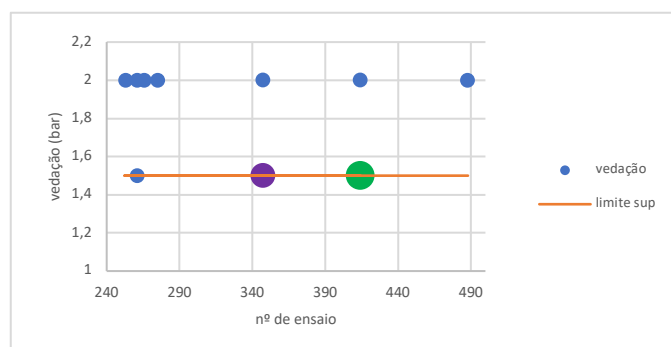


Figura 110: Gráfico do ensaio da determinação da estanquidade das rolhas naturais.

Na Figura 110, consegue-se observar que todos os ensaios estão dentro dos limites, uma vez que as rolhas que são capazes de vedar até aos 2 bar, vedam a 1,5 bar. É importante realçar que muitas vezes as rolhas não vedam por ocorrer progressão externa ou interna, o que é o caso do ponto roxo, onde ocorreu progressão interna, e no ponto verde ocorreu progressão externa a 1,5 bar. A progressão pode ocorrer devido a defeitos nas rolhas, como por exemplo quando apresentam bicho.

4.1.11. Determinação de Resíduos Sólidos (Quantificação de Poeiras)

O ensaio da determinação de resíduos sólidos é um ensaio pouco efetuado uma vez que apenas cadernos de encargo específicos o pedem. Este tem como objetivo quantificar o pó que é libertado pelas rolhas de cortiça para o vinho. Desta forma apenas é efetuado quando as rolhas já estão marcadas e tratadas para posteriormente serem enviadas para os clientes. A quantificação de poeiras é geralmente utilizada nas rolhas colmatadas e nas naturais.

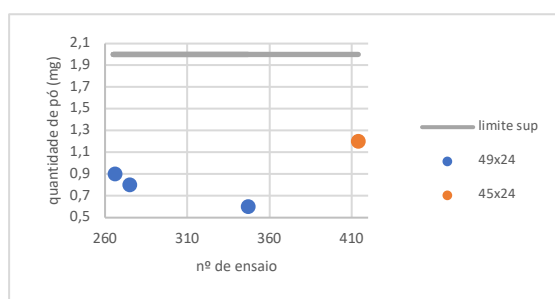


Figura 111: Gráfico do ensaio de quantificação de poeiras nas rolhas naturais.

Através da Figura 111, consegue-se observar que a quantidade de pó obtida nos ensaios efetuados se encontra abaixo dos limites da empresa e os valores de pó libertados são bastante baixos, o que faz com que as rolhas sejam conformes.

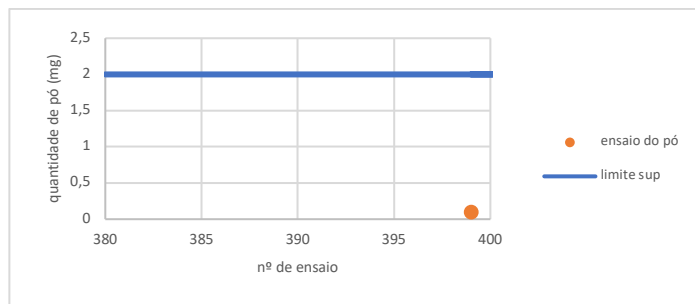


Figura 112: Gráfico do ensaio de quantificação de poeiras nas rolhas colmatadas.

No caso das rolhas colmatadas (Figura 112), apenas foi efetuado um ensaio de quantificação de pó que se encontra abaixo do valor limite.

4.1.12. Determinação da recuperação dimensional após compressão

O ensaio da determinação da recuperação dimensional após compressão é importante pois permite saber o comportamento que as rolhas têm após serem inseridas no gargalo da garrafa. Assim consegue-se garantir a compressão da rolha à garrafa, que podem ser colocadas na horizontal para se proceder ao seu transporte sem que ocorram fugas de vinho. Este ensaio é efetuado apenas quando é pedido pelos clientes nos seus cadernos de encargo e é efetuado às rolhas naturais e colmatadas depois de tratadas e marcadas.

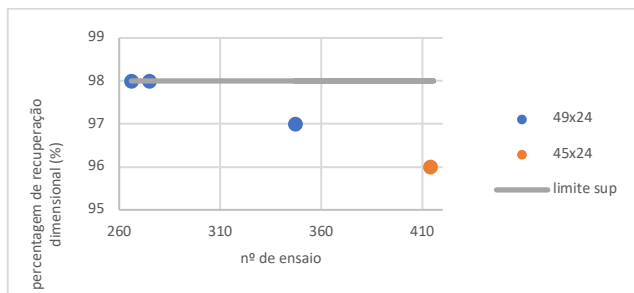


Figura 113: Gráfico do ensaio da determinação da recuperação dimensional após compressão das rolhas naturais.

As rolhas naturais (Figura 113) apresentam valores de percentagem de recuperação dimensional abaixo do limite permitido pela empresa, desta forma todos os lotes em estudo foram considerados conformes.

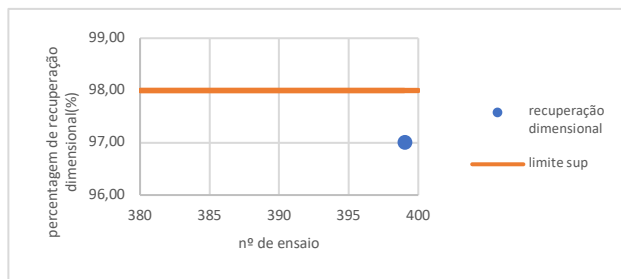


Figura 114: Gráfico do ensaio da determinação da recuperação dimensional após compressão das rolhas colmatadas.

Nas rolhas colmatadas (Figura 114) apenas foi efetuado um ensaio e esse valor é inferior ao limite empresa. Assim as rolhas deste lote voltam praticamente a sua dimensão inicial ao fim de 3 minutos.

4.1.13. Determinação da absorção

O ensaio da determinação da absorção é efetuado às rolhas micro/aglomerados e tem como objetivo verificar o comportamento destas quando estão submersas em água. Este é realizado depois das rolhas estarem devidamente tratadas.

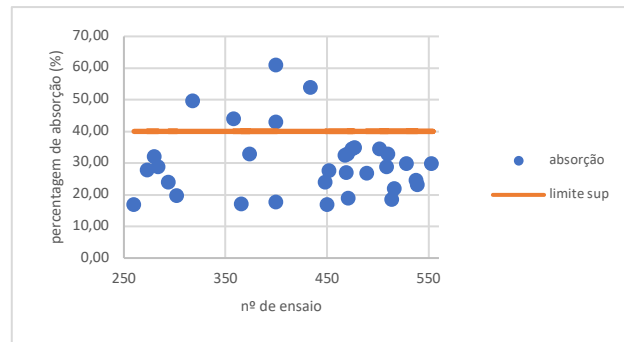


Figura 115: Gráfico do ensaio de determinação de absorção nas rolhas microaglomeradas.

Através da Figura 115, observa-se que existiram 5 ensaios em que a percentagem de absorção média foi superior ao limite imposto pela empresa, de 40%, o que indica que estas não estavam conformes. As restantes estavam dentro dos limites e por isso foram aceites.

Capítulo 5: Conclusão

Este trabalho teve como objetivo acompanhar a realização do controlo de qualidade das rolhas de cortiça numa corticeira. Para isso foram efetuados ensaios de controlo de qualidade bastante rigorosos.

A PrecisionElite efetua ensaios de controlo de qualidade quer a nível dos parâmetros físico-químicos e mecânicos, bem como a nível sensorial. Os ensaios físico-químicos e mecânicos utilizados têm como objetivo determinar as dimensões das rolhas, quer a nível do comprimento, do diâmetro e da ovalidade, determinar a massa volúmica, o teor de humidade, o teor de peróxidos, o teor de sólidos. É realizado também o ensaio da resistência a água fervente, da estanquicidade/comportamento à vedação líquida, força de extração e capilaridade. A nível organolético a *PrecisionElite* efetua a análise sensorial às suas rolhas bem como a quantificação dos cloroanisóis (TCA).

Para o presente trabalho foi recolhida informação referente ao período de 1 de Abril a 30 de Junho de 2021, de forma a efetuar um estudo do comportamento das rolhas compradas aos fornecedores da empresa face aos ensaios de controlo de qualidade na receção e na expedição para os clientes.

Após esta análise de dados, conclui-se que os limites impostos pela empresa podem sofrer ajustes de acordo com os cadernos de encargos de cada cliente.

Em relação aos ensaios realizados às rolhas naturais, os fornecedores que se destacaram com maiores não conformidades, foram o fornecedor B que apresenta rolhas com massa volúmica superior ao limite e apresenta também 20% de não conformidade no snifing. O fornecedor A apresentou valores de teor de peróxido acima do limite, valores de quantidade de cloroanisóis (TCA) superiores ao permitido e análise sensorial com não conformidades de 27%. A nível de ensaios à expedição das rolhas para o cliente, apenas no ensaio da determinação da vedação líquida foi encontrado 2 progressões uma externa e interna, quando ultrapassado o limite de 1,5 bar.

Nas rolhas colmatadas apenas foram efetuados os ensaios de controlo de qualidade à expedição, uma vez que no período de estudo não foi comprado este tipo de rolha. Estes apresentaram-se todos dentro dos limites indicados.

Para as rolhas micro/aglomerado, os fornecedores que apresentaram mais ensaios com não conformidades foram o D, nos ensaios da determinação das dimensões e no ensaio do teor de humidade e o fornecedor E, no ensaio da determinação da massa volúmica. A nível de ensaios à expedição, estas rolhas apresentaram alguns valores acima do limite superior no ensaio da determinação da absorção, o que as torna não conformes.

Por fim, nas rolhas 1+1 MC os fornecedores com maiores não conformidades nos ensaios foram o fornecedor F, nos ensaios do teor de peróxidos, na determinação da resistência à água fervente e o fornecedor D, no ensaio de determinação do teor de peróxidos. Os ensaios efetuados à expedição não apresentaram qualquer não conformidade.

Sendo a rolha de cortiça um produto natural, com muitas variações, é importante ter um plano de controlo de qualidade bem definido, com os limites das especificações para cada ensaio. O que permite às empresas do setor corticeiro assegurar uma cadeia de sustentabilidade de produto desde a receção das rolhas, ao controlo do processo e expedição de forma rigorosa e de acordo com o CIPR¹.

Para assegurar a qualidade de excelência das rolhas fabricadas na *PrecisionElite*, segue um plano de controlo rigoroso, onde são identificadas através dos ensaios realizados as conformidades das rolhas de cortiça. Além disso é detentora das inovações tecnológicas que vão surgindo no mercado, permitindo assim uma melhor posição bem como um elevado nível de rigor nos produtos fornecidos, assegurando a qualidade e segurança alimentar dos mesmos.

Bibliografia

1. CIPR 2020 - Código Internacional das Práticas Rolheiras - Versão 7.1 PT.
2. História - Cortiça - Corticeira Amorim, Líder Mundial Setor Cortiça. Acedido dia 12 de Março, 2021. <https://www.amorim.com/pt/cortica/historia/>
3. Kit técnico sobre as rolhas de cortiça –APCOR 2004
4. Controlo de qualidade Bureau 2019. Acedido dia 17 de Março, 2021. <http://www.apcor.pt/portfolio->
5. APCOR, Manual técnico de Rolhas de Cortiça- Portugal, 2015
6. Composição química da cortiça. Acedido dia 13 de Março, 2021. <https://www.quali.pt/blog/1630-composicao-quimica-da-cortica>
7. Características da cortiça. Acedido dia 19 de Março, 2021. <https://www.granorte.pt/pt/cortica/caracteristicas/propriedades-principais>
8. Factos e curiosidades da cortiça. Acedido dia 19 de Março, 2021. <https://amorimcorkcomposites.com/pt/porqu%C3%AA-a-corti%C3%A7a/factos-e-curiocidades/corti%C3%A7a/>
9. Realcork – Descortiçamento. Acedido dia 21 de Março, 2021. <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/descorticamento/>
10. Realcork – Certificação. Acedido dia 30 de Março, 2021. <https://www.apcor.pt/cortica/qualidade/certificacao/>
11. Realcork – Rolhas Naturais. Acedido dia 5 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/percurso-industrial/rolhas-naturais/>
12. Realcork – Classificação das rolhas naturais. Acedido dia 5 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/classificacao-das-rolhas-naturais/>
13. Realcork – Rolhas Técnicas. Acedido dia 9 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/percurso-industrial/rolhas-tecnicas/>
14. Realcork – Percurso Industrial. Acedido dia 9 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/percurso-industrial/>
15. Realcork – Rolhas de Champanhe. Acedido dia 10 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/produtos/rolhas/rolhas-de-champanhe/>
16. Realcork – Rolhas Aglomeradas. Acedido dia 10 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/produtos/rolhas/rolhas-aglomeradas/>
17. Realcork – Rolhas Micro Granuladas. Acedido dia 15 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/produtos/rolhas/rolhas-micro-granuladas/>
18. Realcork – Rolhas Multipeça. Acedido dia 17 de Abril, 2021. <https://www.apcor.pt/produtos/rolhas/rolhas-multipeca/>
19. PrecisionElite | cork is life. Acedido dia 24 de Abril, 2021. <http://precisionelite.pt/>
20. K. Ridgway, S. P. D. Lalljie, e R. M. Smith, «Analysis of food taints and off-flavours: a review», Food Addit. Contam., vol. 27, pp. 146–168, 2010

21. J. R. Coque, M.Rodríguez, M. Goswami, e R. Martínez, Wine contamination by haloanisoles: towards the development of biotechnological strategies to remove chloroanisoles from cork stoppers, 1ª Edição. Léon, Spain:Azuré Impresión y Comunicación, S.L., 2006.
22. J.Coque, M.Rodríguez, M. Goswami, e R. Martínez, Causes and origins of wine contamination by haloanisoles, 1ª Edição. Léon, Spain: Infoprint S.L.,2006. Chapter 1. Introduction.
23. Realcork – Combate ao TCA. Acedido dia 15 de Maio, 2021. <https://www.apcor.pt/combate-ao-tca-tricloroanisole/>
24. Qual a relação entre o TCA e o aroma de mofo nos vinhos? ·ADEGA. Acedido dia 28 de Maio, 2021. https://revistaadega.uol.com.br/artigo/qual-relacao-entre-o-tca-e-o-aroma-de-mofo-nos-vinhos_11652.html
25. Couto, I.A., 2013, Método para deteção de 2,4,6-TCA por contaminação de gases halogenados de uma superfície emissora de iões positivos (Dissertação de mestrado, Universidade Nova de Lisboa)
26. Lopes, T.S.T., (2008). Estudos de migração do 2,4,6-tricloroanisol através de vedantes. (Dissertação mestrado, Universidade do Porto)
27. Simpson, R.F, e Sefton, M.A, Origem e destino do 2,4,6-tricloroanisol na cortiça e nas rolhas de cortiça – vol 13, 2ªEdição- Piacenza (pág. 106-117), 2007. Acedido dia 17 de Junho, 2021.
28. R. F. Nascimento, A. A. Clecius, P. G. Barbosa, e V. P. Silva, Cromatografia gasosa: aspetos teóricos e práticos. Brasil: Imprensa Universitária da Universidade Federal do Ceará, 2019.
29. Centro de assistência toxicológica (Ceatox), Cromatografia a gás. (n.d), Universidade Estadual Paulista. Acedido dia 30 de Junho, 2021. <https://ceatox.ibb.unesp.br/padrao.php?id=12>
30. Siqueira, G., Princípios da Cromatografia a Gás (GC) – Blog A3Pharma. Acedido dia 15 de Julho, 2021. <https://a3analitica.com.br/bloga3pharma/2019/01/08/principios-da-cromatografia-a-gas-gc/>
31. Silva, J.C.J. Aula 7- Cromatografia Gasosa. Universidade Federal de Juiz de Fora, Química Analítica V Análise Instrumental, Cromatografia Gasosa, 2015. Acedido dia 25 de Julho, 2021. https://www.ufjf.br/baccan/files/2010/10/Aula-7-Cromatografia-gasosa_02-02-15.pdf
32. Pavia DL, *Introduction to Organic Laboratory Techniques (4th Ed.)*. Thomson Brooks/Cole; 2006.
33. Guerra, C.S.E. (2015) Impacto do processo de lavagem na qualidade das rolhas (Dissertação de mestrado, Universidade de Aveiro)

Anexo A : Tabela de amostragem

Tabela 6: Tabela de amostragem.

Dimensão do lote	Dimensão da amostragem										
	Dimensões e ovalização	Massa/Massa Volúmica	Força de extração	Humidade	Resíduos Sólidos	Resistência à água fervente	Comportamento de vedação	Capilaridade	Teor de peróxidos	TCA	Análise Sensorial
≤ 1200	20	20	6	20	1 × 4	10	6	6	1 × 3	1 × 20	10 × 5
≤ 3200	32	32	8	32	1 × 4	10	6	6	1 × 3	1 × 20	10 × 5
≤ 10.000	32	32	10	32	1 × 4	10	8	6	1 × 3	1 × 20	10 × 5
≤ 35.000	50	50	10	50	1 × 4	20	10	6	1 × 3	1 × 20	16 × 5
≤ 50.000	50	50	15	50	1 × 4	25	10	8	1 × 3	1 × 20	16 × 5
≤ 100.000	80	80	20	80	2 × 4	30	10	8	2 × 3	2 × 20	20 × 5
≤ 150.000	150	150	20	150	2 × 4	30	10	8	2 × 3	2 × 20	30 × 5
≤ 200.000	180	180	25	180	2 × 4	50	10	8	2 × 3	3 × 20	35 × 5
≤ 250.000	200	200	25	200	2 × 4	50	12	10	2 × 3	3 × 20	40 × 5

Anexo B: Ficha de prova da análise sensorial



precisonelite
cork is life

FR 35

Registo de Análises sensoriais

Fornecedor/ Cliente _____ Relatório _____ Guia/Lote _____ Data ____/____/____

Calibre 38x24 45x24 49x24 54x24
 Tipo/Qualidade Nat Colm Micro Aglo. 1+1

Nº total frascos Método: _____

Prorador 1

Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade	Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade

Observações: _____

Prorador 2

Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade	Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade

Observações: _____

Prorador 3

Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade	Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade

Observações: _____

Prorador 4

Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade	Nº Frasco	Odor Detetado	Nível de intensidade

Observações: _____

Ed/Rev:01_01
21/04/2015

Aprovado: Ana Rios