

# Otimização do processo de controlo laboratorial. Integração nas atividades do laboratório

**Inês Pereira Santos**

Mestrado em Química

Departamento Química e Bioquímica, Faculdade de Ciências,  
Universidade do Porto

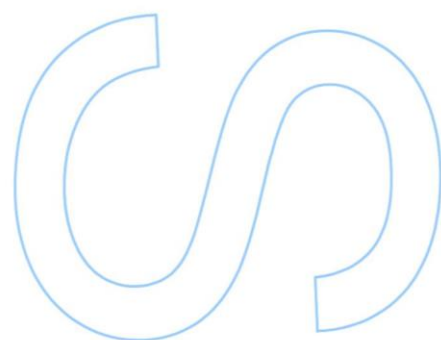
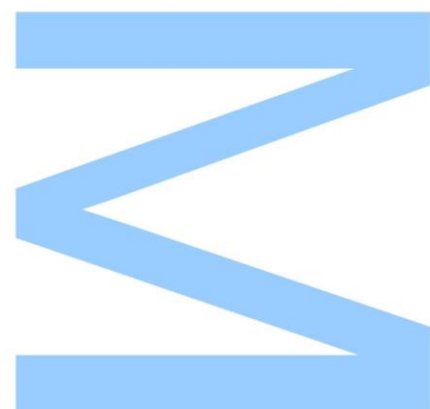
2015

**Orientador (Faculdade)**

Jorge Marques Gonçalves, Professor Auxiliar,  
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

**Orientador (Empresa)**

Elvira Miravall, Engenheira, Champcork, Amorim & Irmãos

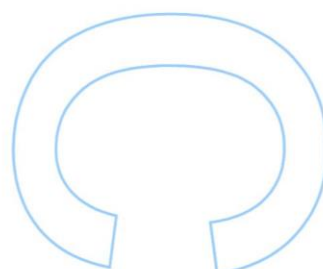
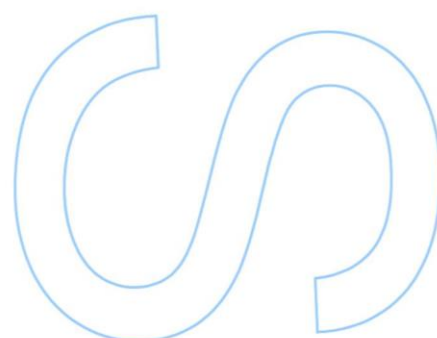
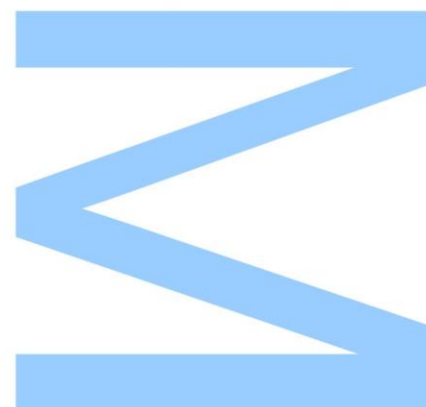




Todas as correções determinadas  
Pelo júri, e só essas, foram  
efetuadas.

O Presidente do Júri,

Porto, \_\_\_\_ / \_\_\_\_ / \_\_\_\_



## Agradecimentos

Serão sempre escassas as palavras de agradecimento para a Unidade Industrial Champcork – Amorim & Irmãos e toda a equipa fantástica, que me receberam com um sorriso desde o primeiro dia.

Agradeço os conhecimentos e valores transmitidos ao longo destes meses e sobretudo por me fazerem sentir parte da equipa.

Agradeço à Eng<sup>a</sup>. Elvira Miravall a sua orientação e supervisão.

A toda a equipa do laboratório de Controlo da Qualidade, Alice Manuela, Maria da Luz, Clementina Sousa, Conceição Pereira, Alice Miranda e Rita Guedes, o meu muito obrigada, pela amabilidade e pela disponibilidade que sempre tiveram para ajudar e transmitir conhecimentos.

Ao Prof. Jorge Gonçalves, pelo incentivo e orientação que me prestou durante este estágio.

Por fim, e acima de tudo, um agradecimento à minha família e amigos, pelo apoio e persistência inestimáveis, contribuindo assim, para esta etapa da minha vida.

## Resumo

O estágio realizado na unidade industrial Champcork teve como principais objetivos a otimização do controlo laboratorial, integração no ambiente laboratorial e a realização de estudos que permitam uma melhor compreensão das características da cortiça.

Para cumprimento dos objetivos estabelecidos, efetuou-se a contabilização do tempo/custo de cada técnica executada no controlo laboratorial, tendo em consideração todos os custos de produção, mão-de-obra e materiais utilizados. Realizaram-se também estudos sobre as consequências da retificação das rolhas ao nível sensorial, comparação de métodos utilizados na deteção sensorial, e ainda estudos sobre a influência do gargalo da garrafa e absorção em rolhas de champanhe e discos de cortiça.

A par dos objetivos pré determinados foram ainda realizadas outras atividades com o intuito de otimizar o controlo da qualidade das rolhas de champanhe.

Este trabalho proporcionou a oportunidade de estar em contacto com o laboratório de controlo da qualidade, realizando todos os ensaios e ainda um contacto direto com a produção industrial. Estas experiências ajudaram a compreender mais aprofundadamente as diferentes etapas do fabrico de uma rolha de champanhe e o seu processo de controlo.

## **Abstract**

This work held at the industrial unity Champcork, had as main objectives: optimizing laboratory control, integration into the laboratory environment and conducting studies to enable a better understanding of the cork characteristics.

To meet the established goals, time and cost of each technique performed in the control laboratory, were determined taking into account all the production, labour and materials costs.

Further studies have been conducted, namely, consequences of corks rectification to the sensory level, comparison of methods used in sensory detection, and influence of the bottleneck and absorption on champagne corks and cork disks.

In addition to the pre-determined goals other activities were also carried out aiming to optimize the quality control of the champagne cork.

This work has provided the opportunity to be in contact with the quality control laboratory, performing all the tests and further direct contact with industrial production.

These experiences helped to better understand the different stages of manufacture of a champagne cork and its monitoring process.

# Índice

<b>Agradecimentos</b> .....	ii
<b>Resumo</b> .....	iii
<b>Abstract</b> .....	iv
<b>Índice de figuras</b> .....	vi
<b>Índice de tabelas</b> .....	vii
<b>1. Introdução</b> .....	1
1.1 Amorim & Irmãos S.A.....	1
1.2 Unidade Industrial Champcork.....	1
1.3 A matéria-prima.....	2
<b>2. Rolhas de Champanhe</b> .....	3
2.1 Rolhas Spark e Spark Top One (STO) .....	3
2.2 Processo produtivo da rolha de champanhe.....	4
2.3 Classes e Defeitos .....	5
2.4 Contaminação das rolhas de cortiça.....	7
<b>3. Controlo da Qualidade</b> .....	8
3.1 Controlo na receção .....	8
3.1.1 Discos .....	9
3.1.2 Granulado .....	12
3.2 Controlo do processo .....	12
3.3 Controlo final .....	14
3.3.1 Ensaios Standard.....	14
3.3.2 Outros ensaios .....	16
<b>4. Custo/tempo das técnicas utilizadas</b> .....	21
4.1 Controlo na receção .....	21
4.2 Controlo do processo .....	22
4.3 Controlo Final .....	23
<b>5. Outros estudos</b> .....	30
5.1 Estudo da influência do gargalo da garrafa .....	30
5.2 Estudo da absorção em estufa.....	32
5.2.1 Discos .....	32
5.2.2. Rolhas .....	33
5.3 Comparação dos métodos de deteção sensorial.....	34
5.4 Consequências da retificação das rolhas de champanhe ao nível sensorial .....	37
<b>6. Conclusão</b> .....	38
<b>7. Bibliografia</b> .....	39

# Índice de figuras

Figura 1 - Organização das unidades de negócio da Corticeira Amorim SGPS, S.A .....	1
Figura 2 - Aspeto da célula de cortiça observada ao microscópio .....	2
Figura 3 - Composição química da cortiça.....	2
Figura 4 - Rolha de Champanhe.....	3
Figura 5 - Esquema do processo produtivo da rolha de champanhe.....	4
Figura 6 - Composição das classes das rolhas.....	5
Figura 7 - Defeitos inerentes a cortiça. A - Bicho; B - Prego; C - Mancha; D - Ano Seco; E - Ano Encascado.....	6
Figura 8 - Defeitos inerentes ao processo de fabrico. A - discos em cunha; B - partículas estranhas; .....	6
Figura 9 - Formação de TCA por bioconversão .....	7
Figura 10 - Diagrama ilustrativo dos diferentes ensaios realizados no controlo de receção.....	8
Figura 11 - Padrão das classes visuais .....	9
Figura 12 - Roda dos odores .....	11
Figura 13 - Evolução das análises sensoriais ao longo de 2014/2015 .....	11
Figura 14 - Representação esquemática das análises do controlo de processo .....	12
Figura 15 - Rolhas após o teste de ebulição. A - Pontos de descolagem; B - Descolagem Parcial; .....	12
Figura 16 - Digrama ilustrativo dos diferentes ensaios de controlo final .....	14
Figura 17 - Torsilab.....	15
Figura 18 - Medcork.....	15
Figura 19 - <i>Software Controlab</i> - Ensaio de extração/descolagem.....	16
Figura 20 - Rolhas com rebentamentos.....	17
Figura 21 - Percentagem de rebentamentos nas diferentes classes .....	17
Figura 22 - Gráfico da evolução de análises <i>Sniffing</i> ao longo de 2014/2015 .....	18
Figura 23 - A- Máquina da impermeabilidade; B- Impermeabilidade carrossel; C- Máquina alemã.....	19
Figura 24 - Evolução da análise sensorial em garrafa ao longo de 2014/2015 .....	20
Figura 25 - Evolução da análise <i>dry soak</i> ao longo de 2015 .....	20
Figura 26 - Garrafas A e B.....	30
Figura 27 - A- representação gráfica do perfil da garrafa A; B- representação gráfica do perfil da garrafa B .....	30
Figura 28 - Rolhas após 7 dias das garrafas A.....	32
Figura 29 - Rolhas das garrafas B após 7 dias .....	32
Figura 30 - Percentagem de absorção em discos de diferentes classes e com verde. ....	33
Figura 31 - Percentagem de Absorção em rolhas com diferentes características .....	34
Figura 32 - Detecção de TCA pelos métodos expedito e interno .....	36
Figura 33 - Detecção de mofo pelos métodos expedito e interno.....	36

# Índice de tabelas

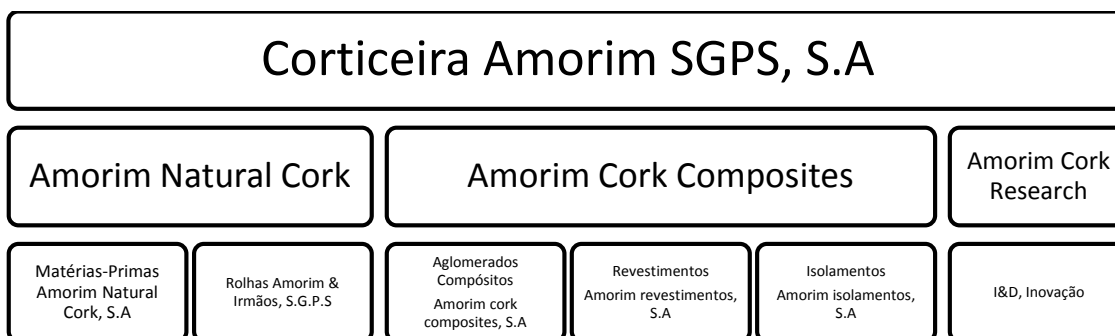
Tabela 1 – Especificações técnicas para a rolha de champanhe .....	3
Tabela 2 - Distribuição percentual em cada classe.....	9
Tabela 3 - Valores Orientativos para os limites de inserção e Compressão da rolha de Champanhe.....	13
Tabela 4 - Limites mínimos para o ensaio de torção .....	15
Tabela 5 - Tempo das diferentes técnicas do controlo à receção dos discos.....	21
Tabela 6 - Tempo do controlo de receção do granulado .....	21
Tabela 7 - Tempo de análise do Citcork .....	22
Tabela 8 - Tempo de análise da técnica de absorção em estufa.....	22
Tabela 9 - Tempo do teste em ebulição.....	22
Tabela 10 - Tempo de análise visual às diferentes classes .....	23
Tabela 11 - Tempo de análise através do <i>Medcork</i> .....	24
Tabela 12 - Tempo de torção.....	25
Tabela 13 - Tempos de extração/descolagem .....	25
Tabela 14 - Tempo da análise de teor de pó .....	26
Tabela 15 - Tempos do ensaio de microbiologia .....	26
Tabela 16 - Tempo de preparação da solução de ringer e meios de cultura .....	26
Tabela 17 - Tempos do ensaio Absorção em garrafa .....	27
Tabela 18 - Tempos do ensaio Bomba Hidrostática .....	27
Tabela 19 - Tempos de verificação dos Rebentamentos.....	27
Tabela 20 - Tempos do teste de impermeabilidade em máquina alemã.....	27
Tabela 21 - Tempos do teste de impermeabilidade em carrossel.....	28
Tabela 22 - Tempos do teste de vedação de gás na Máquina de impermeabilidade .....	28
Tabela 23 - Tempos de Preparação de macerações para o ID .....	28
Tabela 24 - Tempos dos vários ensaios de análise sensorial.....	29
Tabela 25 - Tempos de análise por Dry Soak.....	29
Tabela 26 - Média das medidas a 0 e 90 graus (mm) da garrafa A .....	31
Tabela 27 - Média das medidas a 0 e 90 graus (mm) da garrafa B .....	31
Tabela 28 - Resultados dos ensaios 1 e 2.....	33
Tabela 29 - Resultados de absorção em estufa com rolhas.....	34
Tabela 30 - Comparação entre os dois métodos de deteção sensorial, sendo a quantificação expressa em ng/L.....	35
Tabela 31 - Resultados de <i>sniffing</i> antes e depois da retificação .....	37

# 1.Introdução

## 1.1 Amorim & Irmãos S.A

A Amorim & Irmãos S.A fundada em 1870 é uma das maiores multinacionais de origem portuguesa, sendo liderada, desde 1952, pelo empresário António Amorim.

Líder mundial no setor da cortiça com 33% da quota do mercado global, divide-se em cinco unidades de negócio: Matérias-primas, Rolhas, Revestimentos, Aglomerados de compósitos e Isolamentos. <sup>[1-2]</sup>



**Figura 1 - Organização das unidades de negócio da Corticeira Amorim SGPS, S.A**

A Amorim & Irmãos, destaca-se devido ao elevado número de rolhas de cortiça produzidas, registando uma produção anual de 4 000 000 000 unidades. Esta unidade de negócio engloba um conjunto de produtos, entre os quais a rolha de champagne.

## 1.2 Unidade Industrial Champcork

A unidade industrial Champcork foi fundada em 1982, fazendo parte do conjunto de empresas que compõem o grupo Amorim & Irmãos. Situada em Santa Maria de Lamas é responsável pela produção de rolhas *Spark*, também designadas por rolhas de champagne e vinho espumante, assim como pela produção de rolhas *Spark Top One* (STO), destinadas a vinhos gaseificados e cervejas.

A produção anual desta unidade é de 500 000 000 de rolhas, sendo 90% dessa produção destinada à exportação para vinte e cinco países, tais como: França, Itália e Estados Unidos.

Esta unidade industrial encontra-se certificada ao nível da qualidade pela norma ISO 9001, ao nível da segurança alimentar pela norma ISO 22000 e ainda pelas normas FSC STD-40-003 e FSC STD-40-004.

### 1.3 A matéria-prima

A cortiça é uma matéria-prima 100% natural, extraída da casca do sobreiro – *Quercus Suber L* – uma árvore habitualmente encontrada na bacia ocidental do Mediterrâneo. O sobreiro tem um tempo de vida entre os 170 a 200 anos, sendo o primeiro descortiçamento realizado após 25 anos da sua plantação. Para a produção de rolhas apenas interessa a cortiça a partir do segundo descortiçamento, sendo os seguintes efetuados de 9 em 9 anos.

A estrutura celular da cortiça foi observada ao microscópio pela primeira vez em 1664 por *Robert Hooke*.<sup>[3]</sup> É formada por uma colmeia de células microscópicas ocupadas com uma mistura de gases semelhante ao ar e revestidas maioritariamente por suberina e lenhina, identificando-se também outros compostos, com menor expressividade, como os polissacáridos, ceróides e taninos.<sup>[4]</sup>

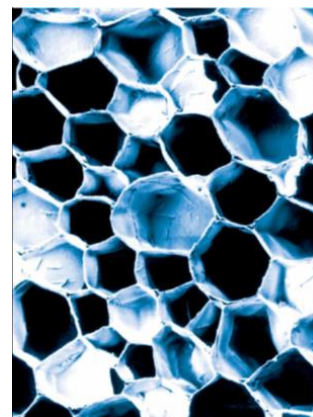


Figura 2 - Aspeto da célula de cortiça observada ao microscópio

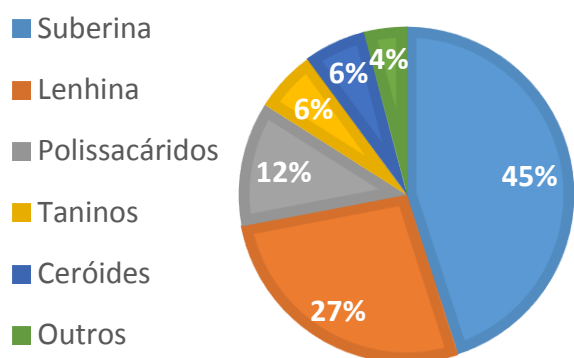


Figura 3 - Composição química da cortiça

Esta composição rica confere à cortiça propriedades ímpares como:

- Leveza, uma vez que as suas células estruturais são ocupadas por oxigénio e azoto;
- Flexibilidade/compressibilidade, uma vez que pode ser comprimida até metade da sua largura, voltando a adquirir a forma original;
- Impermeabilidade, pois apresenta suberina e ceras na sua constituição garantindo a impermeabilidade de líquidos e gases;
- Isolamento, resultante da sua capacidade de dissipação da energia de vibração.
- Resistência, pois possui um elevado coeficiente de atrito.

## 2. Rolhas de Champanhe

### 2.1 Rolhas Spark e Spark Top One (STO)

As rolhas de champanhe ou rolhas *Spark* são compostas por um corpo de aglomerado de cortiça com dois discos de cortiça natural de elevada qualidade na extremidade que entra em contacto com a bebida. Quando existe apenas um disco de cortiça natural na extremidade são designadas por rolhas *Spark Top One*.



Figura 4 - Rolha de Champanhe

As rolhas de champanhe apresentam excelentes performances física, química e enológica, destacando-se como principais vantagens o comportamento mecânico e a facilidade de engarrafamento devido a elasticidade própria da cortiça presente no granulado e nos discos,

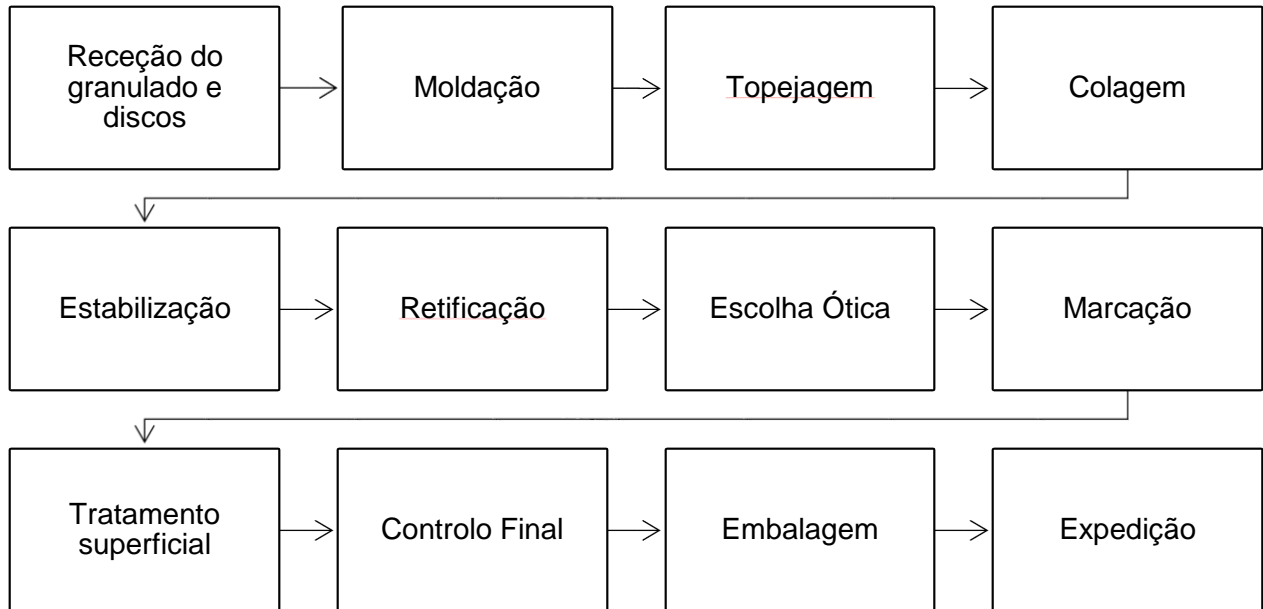
Este tipo de rolhas, devido ao seu maior diâmetro, destinam-se a vinhos que conjugam um pressão extrema com uma subtil delicadeza, como o champanhe ou vinhos espumantes.

As especificações técnicas são resumidas na tabela 1. <sup>[5]</sup>

Tabela 1 – Especificações técnicas para a rolha de champanhe

Ensaio	Características	Especificações
Físico-mecânicos	Comprimento	$l \pm 0,5 \text{ mm}$
	Diâmetro	$d \pm 0,3 \text{ mm}$
	Ovalidade	$\leq 0,3 \text{ mm}$
	Humidade	4% - 9%
	Peso médio	$X \pm 1\text{gr}$
	Peso específico	230 - 290 Kg/m <sup>3</sup>
	Espessura dos discos	1.º $\geq 4,5\text{mm}$ / 2.º $\geq 5,5\text{mm}$
	Momento de torção	$\geq 35 \text{ daN.cm}$
Angulo de torção	$\geq 35^\circ$	
Físico-químicos	Teor de pó	$\leq 2 \text{ mg/rolha}$

## 2.2 Processo produtivo da rolha de champanhe



**Figura 5 - Esquema do processo produtivo da rolha de champanhe**

O granulado para utilização industrial contém partículas com dimensão de 3 mm a 7 mm. É misturado com a água, cola, óleo e monopropileno (desmoldante), componentes essenciais para uma produção correta dos corpos da rolha.

O óleo, para além de ser um lubrificante, é também catalisador do processo de reticulação de colas e por essa razão é o último a ser adicionado na câmara de mistura, de modo a que esta não inicie a sua polimerização muito antes do momento de entrada nos moldes. A câmara de mistura contém um sistema de agitação de modo a promover uma boa mistura dos componentes alimentados.

Após o processo de moldação os corpos são topejados para depois serem colados os discos numa das extremidades. Posteriormente, passam por um período de estabilização seguido da retificação.

Depois de finalizada, a rolha de champanhe é submetida a uma escolha ótica para a separação das classes visuais e extração de alguns defeitos. Seguem-se os processos de marcação a fogo, tratamento superficial, controlo final, embalagem e expedição.

### 2.3 Classes e Defeitos

Existem sete classes de rolhas de champanhe, sendo classificadas da melhor para a pior como: AA, A, B, C, D, E e F. Esta atribuição é dependente da qualidade dos discos que compõem a rolha.

Os discos também obtêm uma classificação relativa ao seu aspeto visual (classe 0, 1, 2, 3 e 4), sendo atribuído o melhor aspeto a classe 0 e o pior a classe 4.

Na figura 6 encontra-se esquematizada a composição de cada classe.

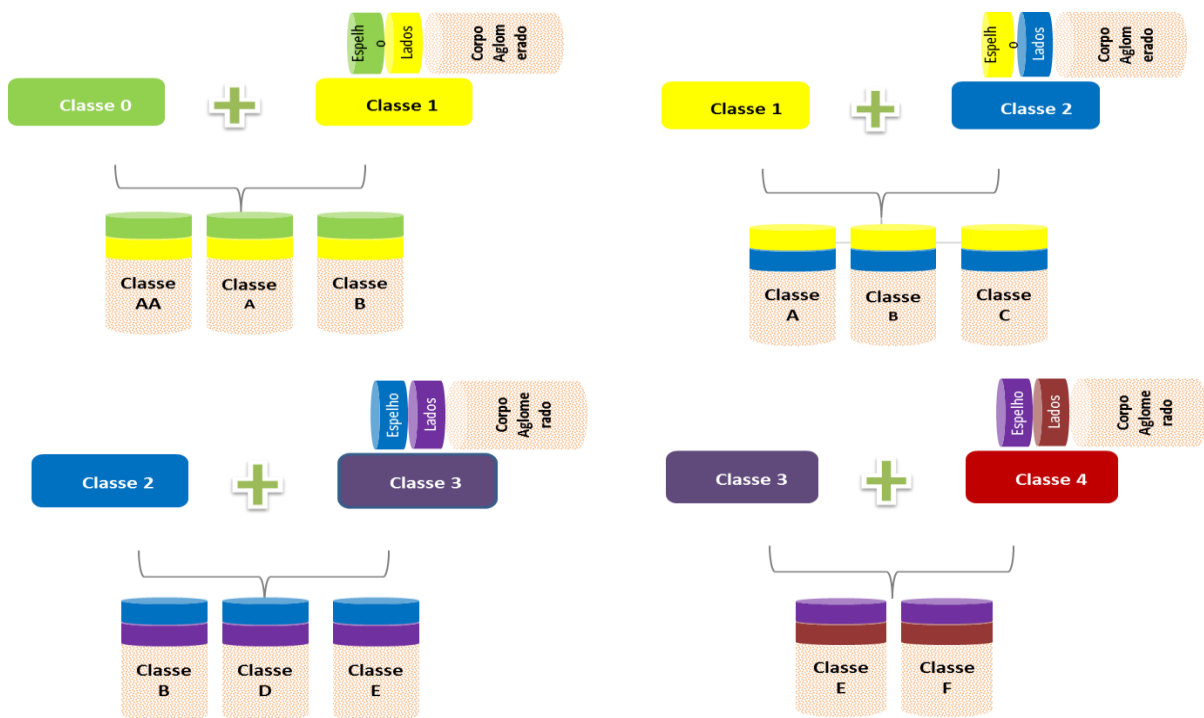
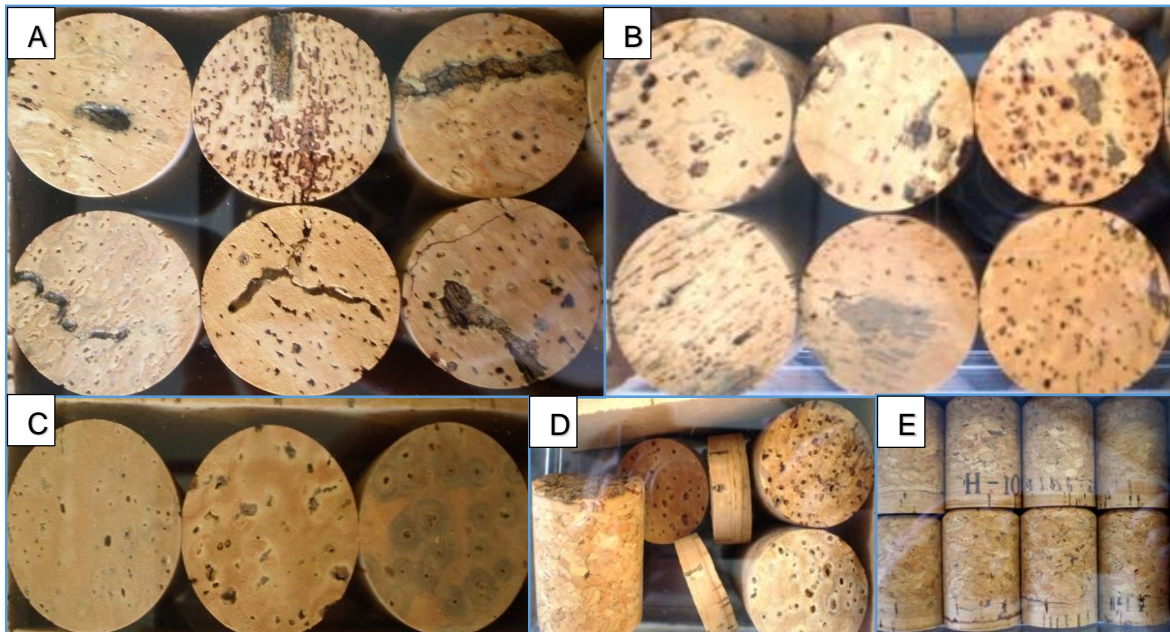


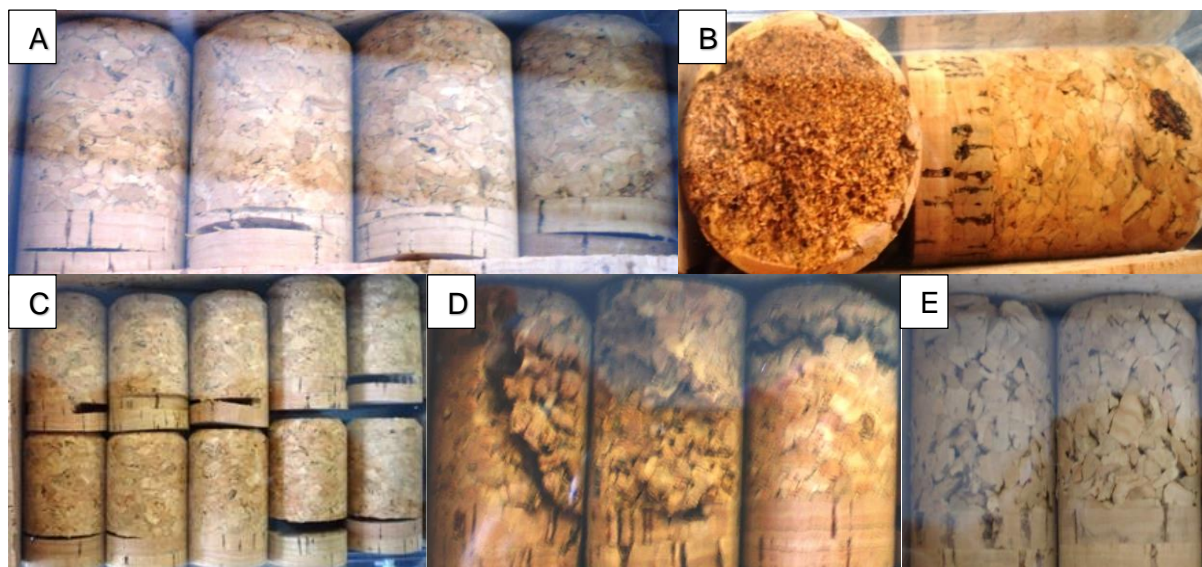
Figura 6 - Composição das classes das rolhas

Os defeitos aparecem representados nas diferentes classes, existindo uma percentagem específica de aceitação para cada uma das classes. Pode-se subdividir os defeitos em defeitos inerentes à cortiça e defeitos inerentes ao processo de fabrico. Na figura 7 é possível analisar os defeitos inerentes à cortiça destacando-se de forma prejudicial os defeitos prego, bicho e ano seco, uma vez que provocam rebentamentos ao engarrafar, contaminando assim a bebida com resíduos.



**Figura 7 - Defeitos inerentes a cortiça. A - Bicho; B - Prego; C - Mancha; D - Ano Seco; E - Ano Encascado**

Os defeitos inerentes ao processo de fabrico mais frequentes encontram-se assinalados na figura 8, sendo todos consequência de distúrbios no processo e consequente má formação de produto final.



**Figura 8 - Defeitos inerentes ao processo de fabrico. A - discos em cunha; B - partículas estranhas; C - defeitos de colagem; D - rolhas partidas; E - rolhas mal comprimidas**

## 2.4 Contaminação das rolhas de cortiça

A contaminação de rolhas de cortiça surge devido à existência de compostos voláteis que podem surgir da poluição do meio ambiente, ou através dos bolores presentes na cortiça como os haloanisóis e halofenóis. Os contaminantes da cortiça mais comuns são no caso dos haloanisóis os cloroanisóis e os bromoanisóis e para os halofenóis: os clorofenóis e bromofenóis. [6]

A presença destes contaminantes na cortiça, e por consequência na rolha, contamina a bebida engarrafada com o conhecido “gosto a rolha”. Do grupo dos cloroanisóis, o 2,4,6-tricloroanisol (TCA) é o principal responsável pela contaminação das rolhas de cortiça. É um metabolito fúngico e apresenta um odor desagradável a mofo. A transformação microbiológica de clorofenóis origina os cloroanisóis, família à qual o TCA pertence. Esta transformação é designada por síntese direta por bioconversão de clorofenóis por microrganismos. [7]

Na bioconversão, a presença da enzima clorofenol *o*-metiltransferase (CPMOT) é a responsável pelos anisóis formados. A formação de TCA através do precursor mais eficiente o 2,4,6-triclorofenol (TCP) por *o*-metilação esta representada na figura 9.



Figura 9 - Formação de TCA por bioconversão

### 3. Controlo da Qualidade

O controlo da qualidade da unidade industrial Champcork é realizado através de três etapas distintas:

- controlo na receção, onde se verifica a qualidade da matéria-prima;
- controlo do processo que permite detetar anomalias que possam ocorrer durante a produção;
- controlo final, onde se verifica se a qualidade do produto se encontra dentro das especificações exigidas por cada cliente.

#### 3.1 Controlo na receção

O controlo na receção verifica a matéria-prima (disco de cortiça natural e granulado), sujeitando-os a um conjunto de análises descritas na figura 10.

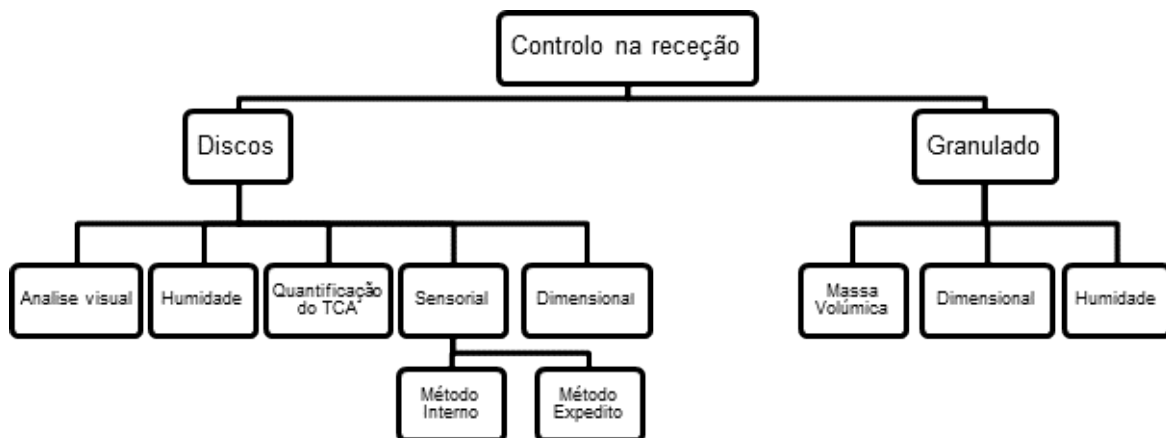


Figura 10 - Diagrama ilustrativo dos diferentes ensaios realizados no controlo de receção

### 3.1.1 Discos

#### Análise visual

A análise visual de discos é uma técnica um pouco subjetiva, tendo como objetivo avaliar os discos por classes. A classificação varia entre zero e quatro, sendo a melhor atribuída à classe zero e a pior à classe quatro.

Na figura 11 encontra-se o padrão de classes visuais utilizado pela unidade industrial.

A aceitação do lote será decidida de acordo com os limites apresentados na Tabela 2.

Por exemplo, para um lote de classe zero, ao analisar 100 discos, apenas se poderia encontrar 25% dos discos classificados como classe um e 75% de discos classificados como zero; fora destes limites o lote é rejeitado.



Figura 11 - Padrão das classes visuais

Tabela 2 - Distribuição percentual em cada classe

		Nº.0	Nº.1	Nº.2	Nº.3	Nº.4
Classes	Nº.0	75%	25%	—	—	—
	Nº.1	10%	75%	15%	—	—
	Nº.2	—	10%	75%	15%	—
	Nº.3	—	—	10%	75%	15%
	Nº.4	—	—	—	—	100%

#### Humidade

A avaliação da humidade é um fator muito importante no controlo à receção dos discos. O valor de humidade fora dos limites estabelecidos (4%-9%) pode provocar alteração no comportamento físico do disco, alterando a qualidade do produto final.

A medição da humidade dos discos é realizada com o auxílio de um higrómetro, verificando-se dez discos de cada lote. Esta avaliação segue a norma portuguesa 2083-2 (Rolhas de cortiça: ensaios físicos-mecânicos, parte 2, determinação do teor de água – rolhas cilíndricas).

### Quantificação de 2,4,6 Tricloroanisol (TCA)

A deteção e quantificação de TCA são efetuadas pelo departamento de investigação e desenvolvimento, comum a toda a corticeira Amorim.

A extração de TCA é realizada sem modificação da matriz líquida pelo método microextração em fase sólida por exposição no *headspace* (SPME) com a ajuda de uma fibra de polidimetilsiloxano (PDMS) utilizada por norma para absorções de compostos voláteis ou de baixa massa molecular. Para a quantificação é utilizado um espectrofotómetro de massa (MS) em modo *selected ion monitoring* (SIM) ou por captura eletrónica (ECD) para analisar os compostos numa matriz líquida. [8]

### Análise sensorial

É uma técnica que permite a deteção de odores não quantificáveis, nem detetáveis através do método cromatográfico. A análise é efetuada segundo a norma portuguesa 2922:96 (Produtos de cortiça: regras e tabelas de amostragem) e pela norma ISO 2859-1 (Regras e tabelas de amostragem para controlos por atributos, 1974). Existem dois métodos de análise sensorial o interno que consiste em deixar os discos em frascos com 50 ml de água desionizada durante 16 horas sentindo o odor após esse período e o método expedito, em que se coloca também os discos em frascos com 50 ml de água desionizada, mas na estufa a 75 °C durante 2 horas, cheirando logo após esse período.

Após a análise sensorial, alguns dos odores estranhos à cortiça, possíveis de ser detetados, encontram-se assinalados na figura 12. São considerados críticos apenas os odores a bolores, mofos e terra.

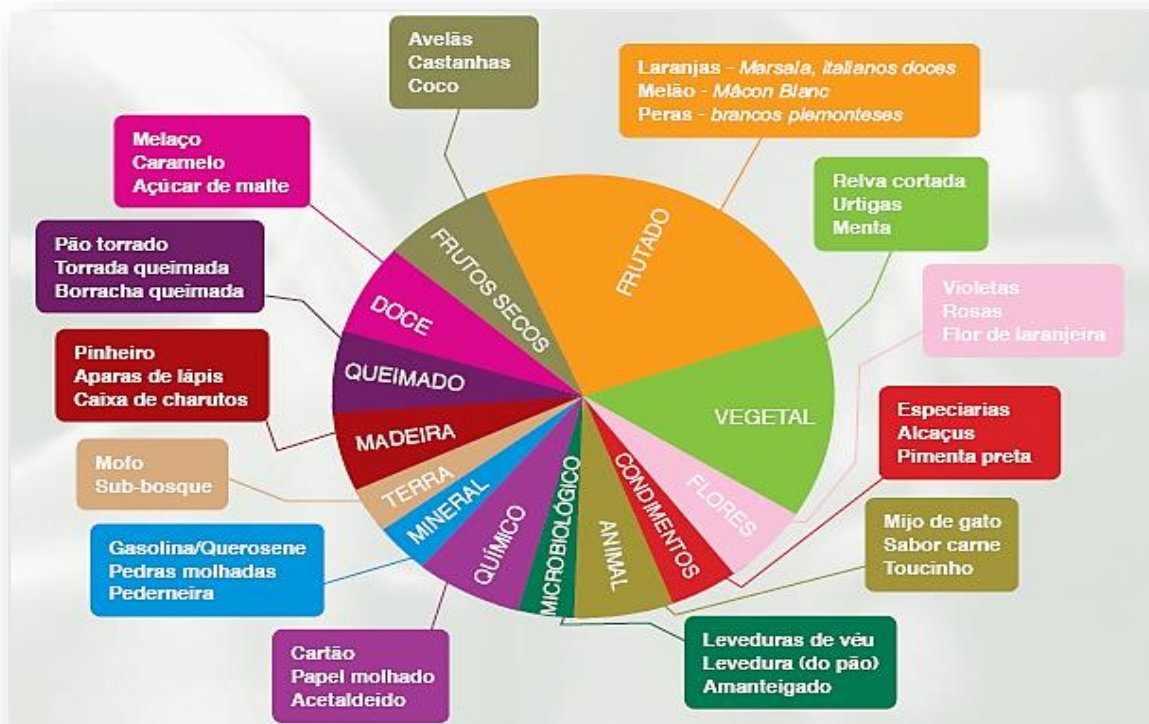


Figura 12 - Roda dos odores

A análise sensorial à matéria-prima é de extrema importância, destacando-se pela quantidade necessária executada diariamente. Na figura 13 apresenta-se um gráfico ilustrativo do volume de análises sensoriais ao longo de 2014 e primeiro semestre de 2015.

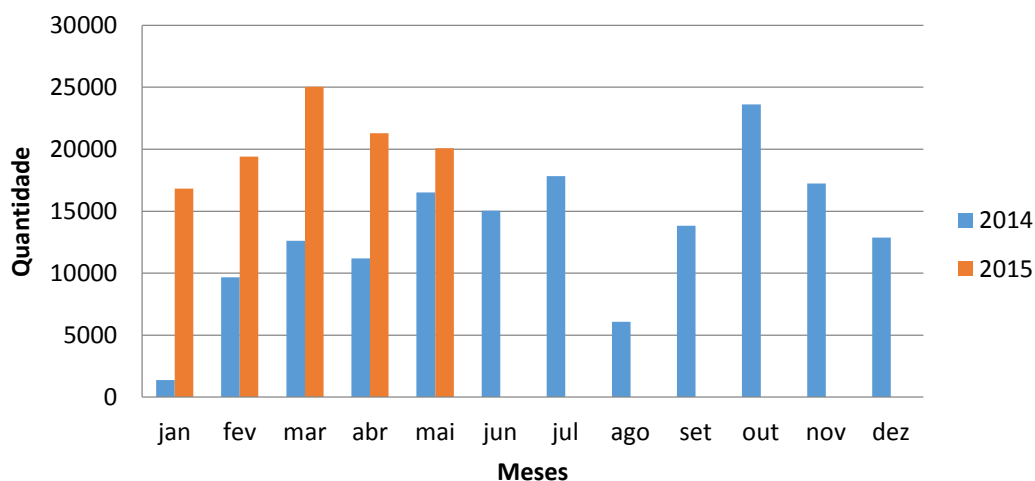


Figura 13 – Evolução das análises sensoriais ao longo de 2014/2015

Em média realizaram-se 702 análises sensoriais por dia, pelos dois métodos de deteção, em 2014. Este valor foi ultrapassado no primeiro semestre de 2015, sendo a média atual 984 análises por dia.

### Análise dimensional

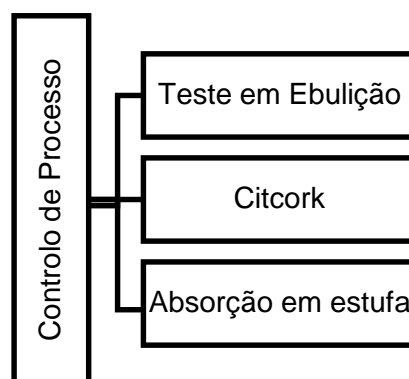
A análise dimensional é realizada apenas para fornecedores externos ao grupo. Permite verificar se os discos se encontram dentro das especificações exigidas para a produção de rolhas de champanhe, seguindo a norma portuguesa 2803-1 (Rolhas de cortiça: ensaios físicos, parte 1, determinação das dimensões, da ovalidade e massa volúmica aparente).

### **3.1.2 Granulado**

Na unidade Champcork existe um controlo semanal dos granulados, uma vez que o controlo individual é efetuado pela unidade industrial De Sousa, pertencente à corticeira Amorim, responsável pelo fornecimento de todo o granulado à Champcork. Essa análise engloba parâmetros como: massa volúmica, humidade e dimensional.

## 3.2 Controlo do processo

O controlo do processo destaca-se pela importância na deteção de anomalias ao longo da produção, evitando a propagação de defeitos críticos até ao produto final. As três análises efetuadas encontram-se descritas na figura 14.



**Figura 14 - Representação esquemática das análises do controlo de processo**

### Teste de Ebulição

Trata-se de um análise efetuada durante o processo de produção da rolha de champanhe que permite verificar a qualidade da colagem discos com corpo aglomerado. Segue a norma portuguesa 2803-7 (Rolhas de cortiça: ensaios físicos, parte 7: determinação da resistência à água fervente).



**Figura 15 - Rolhas após o teste de ebulição. A - Pontos de descolagem; B - Descolagem Parcial; C - Descolagem Total**

### Citcork

Através do Citcork é possível simular as condições reais de rolhamento através de uma análise efetiva do comportamento nas ações de compressão, inserção e relaxação. Durante a realização dos ensaios é possível a visualização numérica e gráfica em tempo real.

Na tabela 3 são apresentados os valores orientativos para os limites de inserção logo após o tratamento de superfície (T0), e sete dias depois (T7), assim como os limites de compressão.

**Tabela 3 - Valores Orientativos para os limites de inserção e Compressão da rolha de Champanhe**

Calibre	Valores Orientativos		
	Limites de Inserção		Limites de Compressão
	T0	T7	
47x29.5 48x29.5	110 ± 20 daN (90-130)	135 ± 35 daN (100-170)	1100 ± 300 daN (800-1400)
48x30 (STO) 48x30.5 48x30	115 ± 25 daN (90-140)	155 ± 25 daN (130-180)	1200 ± 300 daN (900-1500)
48x31	120 ± 25 daN (95-145)	170 ± 30 daN (140-200)	1300 ± 300 daN (1000-1600)

### Absorção em estufa

A análise de absorção em estufa permite verificar se o corpo da rolha se encontra bem aglomerado de modo a que não haja migração do líquido para o interior da rolha. Determina-se a água absorvida pela amostra após imersão em água destilada, durante 72 horas em estufa.

A percentagem de água é calculada pela diferença entre a massa final e massa inicial.

### 3.3 Controlo final

O controlo final, na unidade industrial Champcork, pode dividir-se em dois tipos: o controlo standard (que é efetuado para todos os clientes) e o controlo específico (que se realiza para todos os clientes com cadernos de encargos, onde são exigidos outros ensaios para além do controlo standard).

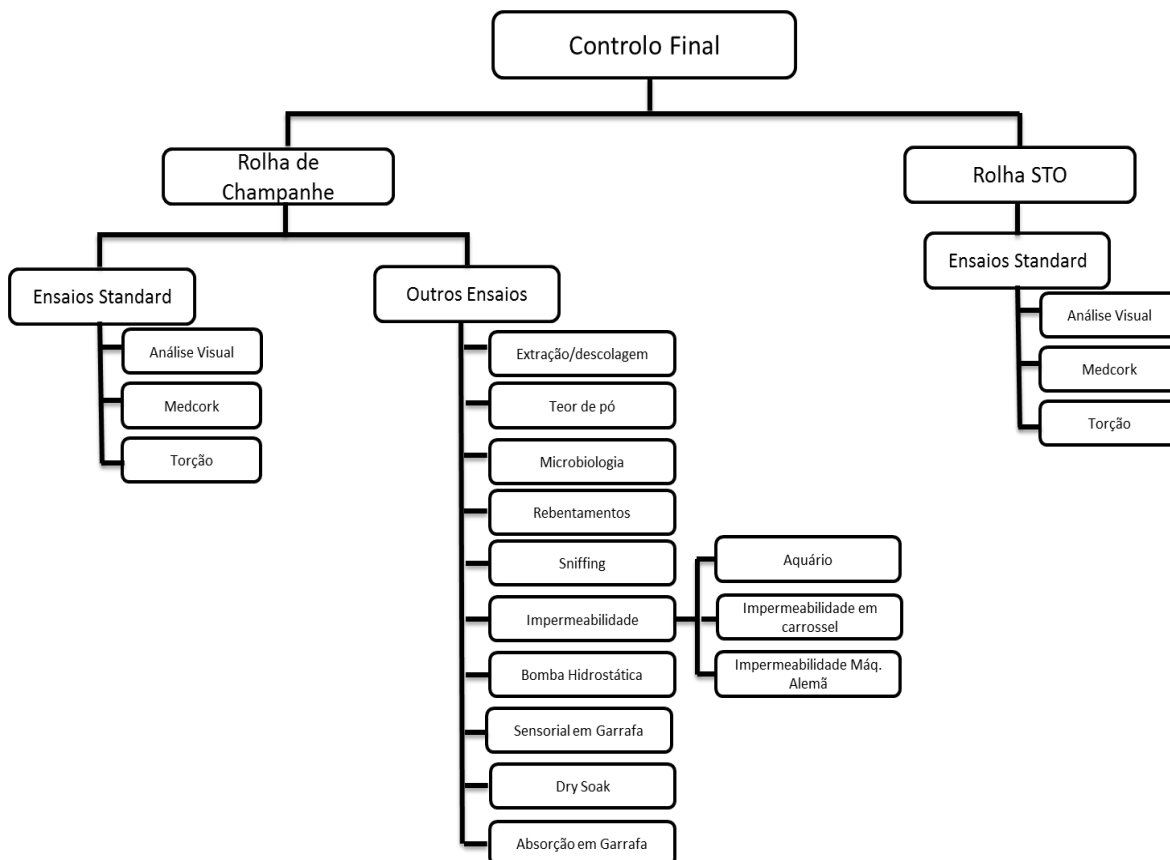


Figura 16 - Digrama ilustrativo dos diferentes ensaios de controlo final

#### 3.3.1 Ensaio Standard

##### Análise visual

Assim como no controlo à receção de discos, este tipo de análise revela-se de extrema importância, pois permite verificar se a classe se encontra dentro do pedido de encomenda e a percentagem de defeitos inerentes à cortiça.

### Torção

Com a realização do ensaio de torção através do equipamento Torsilab, é possível avaliar o grau de flexibilidade e resistência das rolhas de cortiça de acordo com a norma em vigor (ISO 9727/NP2803-6). Os limites mínimos estabelecidos são apresentados na tabela 4.

O ensaio de torção é realizado para todas as encomendas, sendo o número de rolhas variável consoante o volume de encomenda e exigência do cliente.

**Tabela 4 - Limites mínimos para o ensaio de torção**

	Rolha de champanhe
<b>Momento de torção</b>	35 (daN cm)
<b>Angulo de torção</b>	35 (°)



**Figura 17 - Torsilab**

### Medcork

O equipamento Medcork foi desenvolvido para determinar parâmetros físicos, como dimensões, humidade e massa volúmica.

No caso da unidade industrial Champcork, para cada tipo de rolha estão estabelecidas percentagens para aprovação/reprovação automática, previamente definidas de acordo com a tolerância exigida por cada cliente.



**Figura 18 - Medcork**

### 3.3.2 Outros ensaios

#### Extração/descolagem

A extração e descolagem é uma análise que permite quantificar a força de descolagem e a força necessária para a extração da rolha engarrafada.

Os valores verificados devem obedecer a limites, como se verifica no exemplo da figura 19.

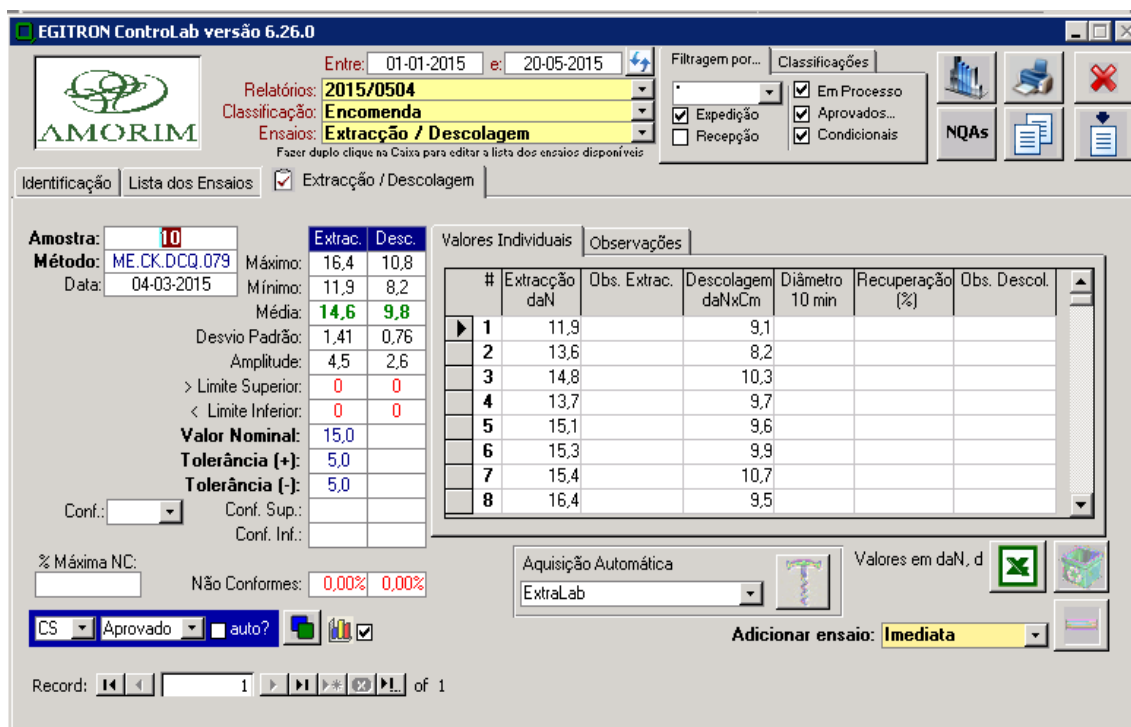


Figura 19 - Software Controlab - Ensaio de extração/descolagem

#### Teor de pó

Com esta análise é possível quantificar o teor de pó existente na superfície da rolha tratada, sendo o seu máximo admissível 2 mg por rolha.

Esta análise segue as instruções da norma ISO 9727-7:2007, sendo o cálculo efetuado segundo a equação:

$$\text{Teor de pó (R)} = \frac{1000 \cdot (P2 - P1)}{n}$$

Em que,

P1 = massa da placa de Petri+ filtro, expressa em gramas

P2 = P1+ pó, expressa em gramas

n = número de rolhas utilizadas no ensaio

### Microbiologia

A análise microbiológica permite quantificar colónias de bactérias, leveduras e bolores em rolhas de cortiça, após tratamento de superfície e contidas em embalagens herméticas apropriadas. Esta análise segue a norma portuguesa 3725 (Rolhas de cortiça: determinação de leveduras e bolores).

### Rebentamentos

Com este ensaio verifica-se a percentagem de rebentamentos causados por defeitos inerentes à cortiça ao engarrafar. Todos os dias são verificadas cem rolhas de uma encomenda, de modo a que haja conhecimento das percentagens de rebentamentos nas diferentes classes.



Figura 20 - Rolhas com rebentamentos

A figura 20 representa graficamente as percentagens de rebentamentos por classe e a localização dos rebentamentos (primeiro ou segundo disco).

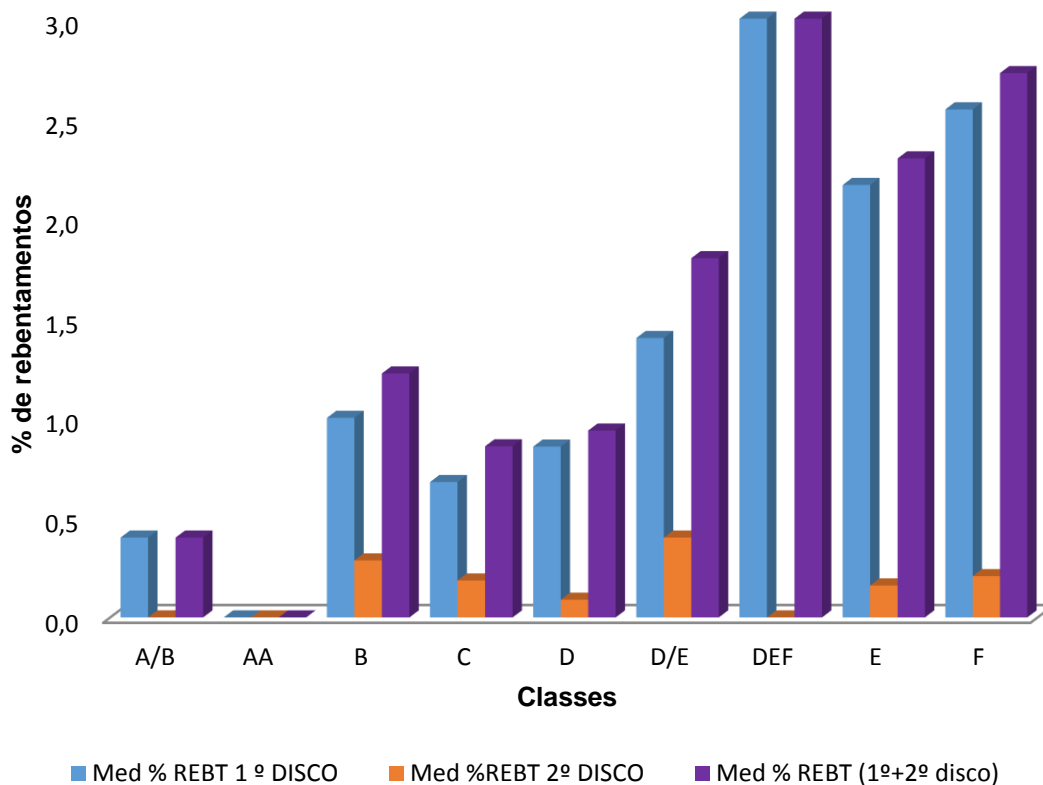


Figura 21 - Percentagem de rebentamentos nas diferentes classes

### Sniffing

É uma análise não invasiva que permite a identificação de odores na rolha de cortiça. Consiste em aquecer a extremidade de cortiça natural numa placa de aquecimento entre 80 °C a 90 °C, durante trinta segundos, cheirando imediatamente.

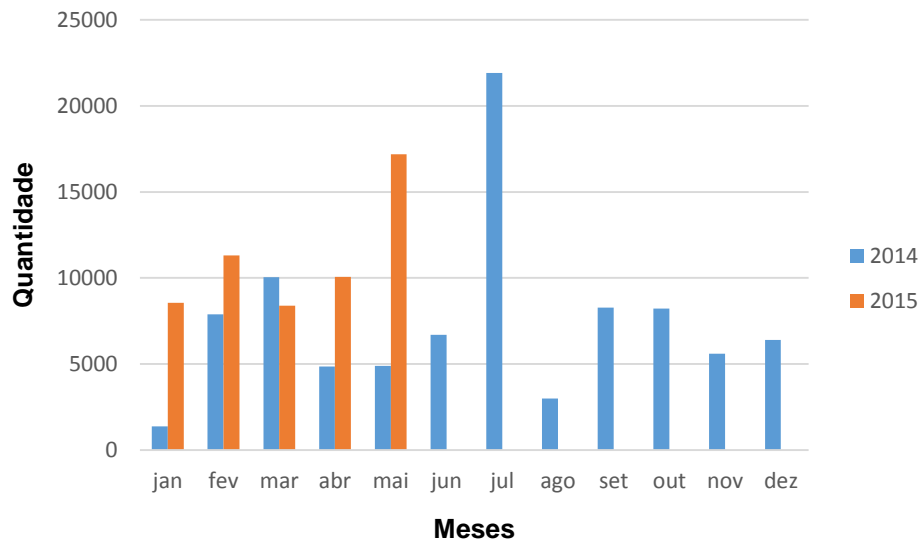


Figura 22 - Gráfico da evolução de análises *Sniffing* ao longo de 2014/2015

Ao longo de 2014 realizaram-se em média 388 análises de *sniffing* por dia, sendo o valor médio do primeiro semestre de 2015 superior em mais 139 análises diárias.

### Teste de impermeabilidade

Na unidade industrial Champcork são utilizados três métodos distintos para testar a impermeabilidade da rolha, a máquina da impermeabilidade, ensaio em carrossel e a máquina alemã. Na figura 23 são agrupados os três métodos.

A máquina da impermeabilidade é considerada a mais eficiente porque permite a análise de 12 rolhas em simultâneo e possibilidade de variação da pressão.

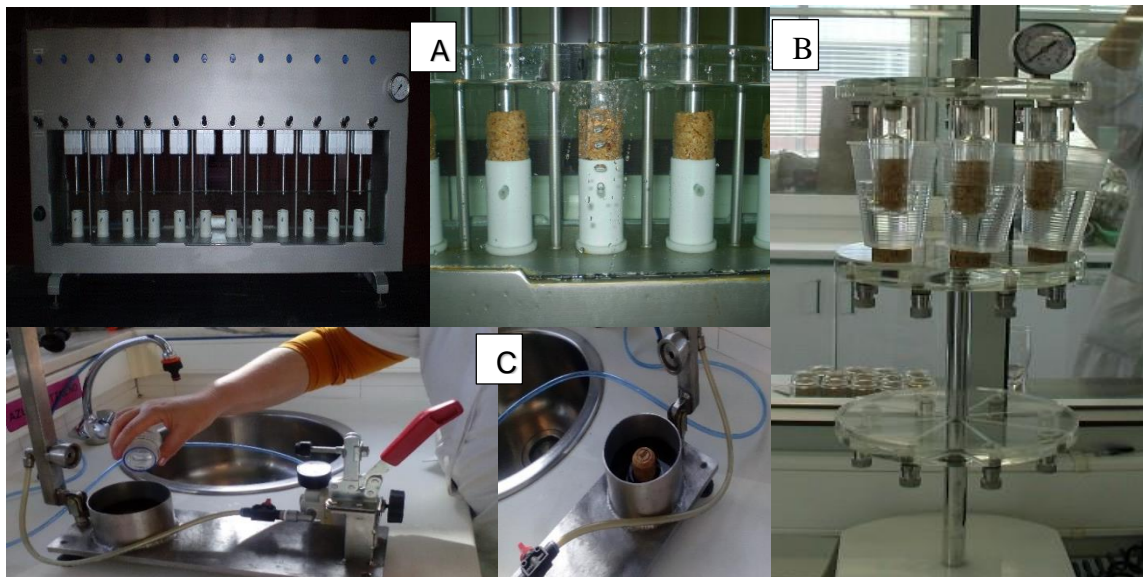


Figura 23 – A- Máquina da impermeabilidade; B- Impermeabilidade carrossel; C- Máquina alemã

#### Análise por bomba hidrostática ou *Water pressure test*

Através desta análise é possível simular o envelhecimento da rolha na garrafa e medir a recuperação após 48 horas. No final as rolhas sujeitas a análise tem que recuperar 90% do diâmetro inicial, sendo a sua recuperação calcula através da equação:

$$\text{Recuperação} = \frac{\text{Dim, t}}{\text{Dim, i}} \times 100$$

Dim,i – dimensão inicial em mm.

Dim,t – dimensão em mm, após o tempo t

#### Análise sensorial em garrafa

Consiste no engarrafamento de água durante 72 horas e posterior deteção de odores prejudiciais a qualidade do líquido armazenado.

Em 2014 realizaram-se em média 635 análises de sensorial em garrafa por mês, crescendo esse valor no primeiro semestre de 2015 para 905 análises.

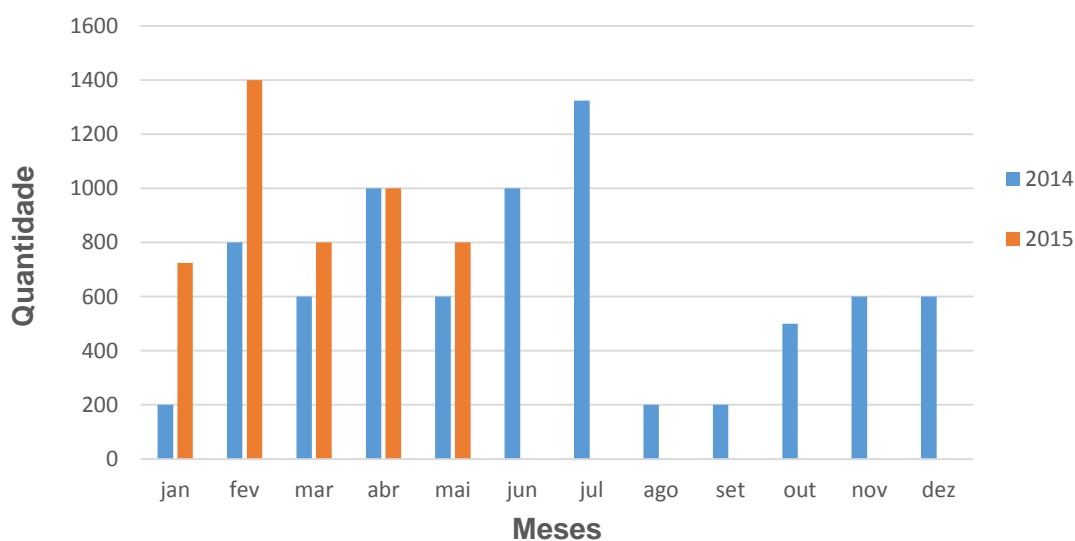


Figura 24 - Evolução da análise sensorial em garrafa ao longo de 2014/2015

Dry soak

É uma análise recente, não invasiva que permite a identificação de odores na rolha de cortiça. Consiste em colocar a rolha num frasco ligeiramente humedecido com solução alcoólica a 12%, deixando permanecer durante 12 horas fechado. No fim desse período, cheira-se de imediato após abrir o frasco.

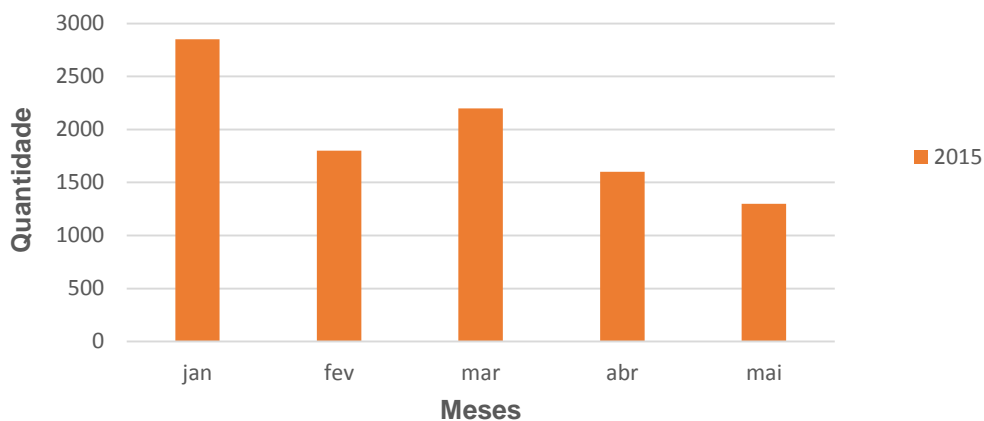


Figura 25 - Evolução da análise *dry soak* ao longo de 2015

Absorção em garrafa

Este ensaio consiste em colocar as rolhas em água a 80 °C durante 45 minutos, permitindo assim verificar a quantidade de líquido absorvido pela rolha, através do diferencial de massa final e da massa inicial, após ensaio. O valor máximo tolerado definido pelas normas internas é de 14%.

## 4. Custo/tempo das técnicas utilizadas

O estudo do custo/tempo surge pela necessidade de quantificar o custo real de cada técnica e também para uma melhor gestão e rentabilização dos recursos humanos.

Em todas as tabelas serão omissas as colunas de custo de mão-de-obra, custo de amostra, e custo do material, devido a restrições de confidencialidade impostas pela empresa.

### 4.1 Controlo na receção

Neste capítulo são apresentados os resultados relativos a todos os ensaios de controlo efetuado na receção das matérias-primas.

**Tabela 5 - Tempo das diferentes técnicas do controlo à receção dos discos**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo total
				min	min	min
<b>Análise Visual</b>	discos	0	200	11	9	20
	discos	1	200	11	9	20
	discos	2	100	7	6	13
	discos	3	100	7	6	13
	discos	4	100	7	6	13
<b>Determinação de humidade</b>	discos	0	10	1	0	1
	discos	1	10	1	0	1
	discos	2	10	1	0	1
	discos	3	10	1	0	1
	discos	4	10	1	0	1
<b>Análise dimensional</b>	discos	0	10	2	0	2
	discos	1	10	2	0	2
	discos	2	10	2	0	2
	discos	3	10	2	0	2
	discos	4	10	2	0	2

**Tabela 6 - Tempo do controlo de receção do granulado**

Tipo de análise	Amostra	Quantidade amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo total
		g	min	min	min	min
<b>Massa volúmica Humidade Dimensional</b>	Granulado	300	13	5	4	17

## 4.2 Controlo do processo

As tabelas que se seguem apresentam os resultados relativos a quantificação dos tempos de cada técnica utilizada no controlo do processo.

**Tabela 7 - Tempo de análise do Citcork**

Tipo de análise	Amostra	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de preparação	Tempo do ensaio sem operador	Tempo Total
			min	min	min	min
<b>Citcork</b>	Corpos	10	14	12	60	86
<b>Tratamento</b>	Corpos	60	5	3	18	26

**Tabela 8 - Tempo de análise da técnica de absorção em estufa**

Tipo de análise	Amostra	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de preparação	Tempo do ensaio sem operador	Tempo Total
			min	min	min	min
<b>Absorção em Estufa</b>	Rolha em bruto	60	10	9	4350	19

**Tabela 9 - Tempo do teste em ebulição**

Tipo de análise	Amostra	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de preparação	Tempo do ensaio sem operador	Tempo Total
			min	min	min	min
<b>Teste da Ebulição</b>	Rolha em bruto	264	14	12	60	86

### 4.3 Controlo Final

Por ultimo, neste capítulo, são apresentados os resultados obtidos na quantificação temporal do controlo final.

**Tabela 10 - Tempo de análise visual às diferentes classes**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min
Análise Visual	Rolhas	AA	50	4	3	7
	Rolhas	AA	80	5	4	9
	Rolhas	AA	125	8	5	13
	Rolhas	AA	200	15	6	21
	Rolhas	A	50	4	3	7
	Rolhas	A	80	5	4	9
	Rolhas	A	125	8	5	13
	Rolhas	A	200	15	6	21
	Rolhas	A	500	25	8	33
	Rolhas	B	50	4	3	7
	Rolhas	B	80	5	4	9
	Rolhas	B	125	8	5	13
	Rolhas	B	200	15	6	21
	Rolhas	C	50	4	3	7
	Rolhas	C	80	5	4	9
	Rolhas	C	125	8	5	13
	Rolhas	C	200	15	6	21
	Rolhas	D	50	4	3	7
	Rolhas	D	80	5	4	9
	Rolhas	D	125	8	5	13
Rolhas	D	200	15	6	21	
Rolhas	E	50	4	3	7	
Rolhas	E	80	5	4	9	
Rolhas	E	125	8	5	13	
Rolhas	E	200	15	6	21	
Rolhas	F	50	4	3	7	
Rolhas	F	80	5	4	9	
Rolhas	F	125	8	5	13	
Rolhas	F	200	15	6	21	

Tabela 11 - Tempo de análise através do *Medcork*

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Determinação de dimensões, massa volúmica e humidade (MedCork)	Rolhas	AA	20	1	10	1	12
	Rolhas	AA	32	1	16	1	18
	Rolhas	AA	50	1	25	1	27
	Rolhas	AA	80	1	40	1	42
	Rolhas	A	20	1	10	1	12
	Rolhas	A	32	1	16	1	18
	Rolhas	A	50	1	25	1	27
	Rolhas	A	80	1	40	1	42
	Rolhas	B	20	1	10	1	12
	Rolhas	B	32	1	16	1	18
	Rolhas	B	50	1	25	1	27
	Rolhas	B	80	1	40	1	42
	Rolhas	C	20	1	10	1	12
	Rolhas	C	32	1	16	1	18
	Rolhas	C	50	1	25	1	27
	Rolhas	C	80	1	40	1	42
	Rolhas	D	20	1	10	1	12
	Rolhas	D	32	1	16	1	18
	Rolhas	D	50	1	25	1	27
	Rolhas	D	80	1	40	1	42
	Rolhas	E	20	1	10	1	12
	Rolhas	E	32	1	16	1	18
	Rolhas	E	50	1	25	1	27
	Rolhas	E	80	1	40	1	42
Rolhas	F	20	1	10	1	12	
Rolhas	F	32	1	16	1	18	
Rolhas	F	50	1	25	1	27	
Rolhas	F	80	1	40	1	42	

**Tabela 12 - Tempo de torção**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min
Torção	Rolhas	AA	3	2	1	3
	Rolhas	AA	5	3	1	4
	Rolhas	AA	8	4	1	5
	Rolhas	A	3	2	1	3
	Rolhas	A	5	3	1	4
	Rolhas	A	8	4	1	5
	Rolhas	B	3	2	1	3
	Rolhas	B	5	3	1	4
	Rolhas	B	8	4	1	5
	Rolhas	C	3	2	1	3
	Rolhas	C	5	3	1	4
	Rolhas	C	8	4	1	5
	Rolhas	D	3	2	1	3
	Rolhas	D	5	3	1	4
	Rolhas	D	8	4	1	5
	Rolhas	E	3	2	1	3
	Rolhas	E	5	3	1	4
	Rolhas	E	8	4	1	5
	Rolhas	F	3	2	1	3
Rolhas	F	5	3	1	4	
Rolhas	F	8	4	1	5	

**Tabela 13 - Tempos de extração/descolagem**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Extração Descolagem	Rolhas	AA	10	9	60	4	73
	Rolhas	A	10	9	60	4	13
	Rolhas	B	10	9	60	4	13
	Rolhas	C	10	9	60	4	13
	Rolhas	D	10	9	60	4	13
	Rolhas	E	10	9	60	4	13
	Rolhas	F	10	9	60	4	13

**Tabela 14 - Tempo da análise de teor de pó**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Teor de pó	Rolhas	AA	6	28	160	7	35
	Rolhas	AA	9	30	160	8	38
	Rolhas	A	6	28	160	7	35
	Rolhas	A	9	30	160	8	38
	Rolhas	B	6	28	160	7	35
	Rolhas	B	9	30	160	8	38
	Rolhas	C	6	28	160	7	35
	Rolhas	C	9	30	160	8	38
	Rolhas	D	6	28	160	7	35
	Rolhas	D	9	30	160	8	38
	Rolhas	E	6	28	160	7	35
	Rolhas	E	9	30	160	8	38
	Rolhas	F	6	28	160	7	35
	Rolhas	F	9	30	160	8	38

**Tabela 15 - Tempos do ensaio de microbiologia**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Microbiologia	Rolhas	AA	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	A	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	B	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	C	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	D	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	E	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	F	3	8	4340	5	4353
	Rolhas	F	6	12	4340	11	4363

**Tabela 16 - Tempo de preparação da solução de ringer e meios de cultura**

Tipo de análise	Amostra	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
			min	min	min	min
Preparação da solução	Matrizes	16	21	95	9	104
Preparação dos meios de cultura	Placas	92	33	95	20	115

**Tabela 17 - Tempos do ensaio Absorção em garrafa**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo de ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Absorção em garrafa	Rolhas	AA	20	10	55	3	68
	Rolhas	A	20	10	55	3	68
	Rolhas	B	20	10	55	3	68
	Rolhas	C	20	10	55	3	68
	Rolhas	D	20	10	55	3	68
	Rolhas	E	20	10	55	3	68
	Rolhas	F	20	10	55	3	68

**Tabela 18 - Tempos do ensaio Bomba Hidrostática**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Bomba Hidroestática	Rolhas	E	30	18	4320	10	4330
	Rolhas	F	30	18	4320	10	4330

**Tabela 19 - Tempos de verificação dos Rebentamentos**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min
Rebentamentos	Rolhas	AA	100	14	1	15
	Rolhas	A	100	14	1	15
	Rolhas	B	100	14	1	15
	Rolhas	C	100	14	1	15
	Rolhas	D	100	14	1	15
	Rolhas	E	100	14	1	15
	Rolhas	F	100	14	1	15

**Tabela 20 - Tempos do teste de impermeabilidade em máquina alemã**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min
Impermeabilidade máquina alemã	Rolhas	E	20	16	1	17
	Rolhas	E	32	24	1	25

**Tabela 21 - Tempos do teste de impermeabilidade em carrossel**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min	min
Impermeabilidade em carrossel	Rolhas	D	8	24	170	7	201
	Rolhas	D	8	24	170	7	201

**Tabela 22 - Tempos do teste de vedação de gás na Máquina de impermeabilidade**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade de amostra	Tempo do ensaio	Tempo de preparação	Tempo Total
				min	min	min
Máquina de impermeabilidade	Rolhas	A	12	5	7	12
	Rolhas	B	12	5	7	12
	Rolhas	C	12	5	7	12
	Rolhas	D	12	5	7	12
	Rolhas	E	12	5	7	12
	Rolhas	F	12	5	7	12

**Tabela 23 - Tempos de Preparação de macerações para o ID**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade amostra	Tempo de preparação	Tempo do ensaio sem operador	Tempo total
				min	min	min
Macerações	Discos	0	54	4	1440	1444
	Discos	0	108	8	1440	1448
	Discos	1	54	4	1440	1444
	Discos	1	108	8	1440	1448
	Discos	2	54	4	1440	1444
	Discos	2	108	8	1440	1448
	Discos	3	54	4	1440	1444
	Discos	3	108	8	1440	1448
	Discos	4	54	4	1440	1444
	Discos	4	108	8	1440	1448
Soaks	Rolhas	D	75	7	1440	1447
	Rolhas	E	75	7	1440	1447
	Rolhas	F	75	7	1440	1447
Maceração	Corpos	—	21	6	1440	1446

**Tabela 24 - Tempos dos vários ensaios de análise sensorial**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo total
				min	min	min	min
<b>Sensorial</b>	Discos	0	100	9	1448	30	1487
	Discos	1	100	9	1448	30	1487
	Discos	2	100	9	1448	30	1487
	Discos	3	100	9	1448	30	1487
	Discos	4	100	9	1448	30	1487
<b>Sensorial Expedido</b>	Discos	0	100	9	128	32	169
	Discos	1	100	9	128	32	169
	Discos	2	100	9	128	32	169
	Discos	3	100	9	128	32	169
	Discos	4	100	9	128	32	169
<b>Sensorial</b>	Rolhas	A	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	A	50	12	1448	15	1475
	Rolhas	B	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	B	50	12	1448	15	1475
	Rolhas	C	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	C	50	12	1448	15	1475
	Rolhas	D	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	D	50	12	1448	15	1475
	Rolhas	E	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	E	50	12	1448	15	1475
	Rolhas	F	80	8	1448	19	1475
	Rolhas	F	50	12	1448	15	1475
<b>Sensorial em Garrafa</b>	Rolhas	B	200	50	7200	65	7315
	Rolhas	D	200	50	7200	65	7315

**Tabela 25 - Tempos de análise por Dry Soak**

Tipo de análise	Amostra	Classe	Quantidade amostra	Tempo do ensaio com operador	Tempo do ensaio sem operador	Tempo de preparação	Tempo total
				min	min	min	min
<b>Dry soak</b>	Rolhas	AA	150	17	1440	37	1494
	Rolhas	A	150	17	1440	37	1494

## 5. Outros estudos

A realização/participação em diversos estudos surgiu no cumprimento dos objetivos estabelecidos ao início do estágio, dando assim um contributo significativo para a compreensão e desenvolvimento do controlo da qualidade da rolha de champanhe.

### 5.1 Estudo da influência do gargalo da garrafa

A realização deste estudo teve como objetivo verificar o comportamento da rolha de champanhe, quando engarrafada no local com menor diâmetro e maior pressão.

A realização deste estudo engloba duas etapas distintas.

Na primeira etapa efetua-se a medição dos perfis de duas garrafas distintas, através do software *Perfilab*. Na figura 26 encontram-se os dois tipos de garrafas utilizadas no ensaio.



Figura 26 – Garrafas A e B

Após a medição é determinada a zona mais estreita do gargalo e, conseqüentemente, a zona de maior pressão interna.

A figura 27 ilustra o software *Perfilab*, e a representação gráfica do perfil das garrafas A e B, respetivamente.

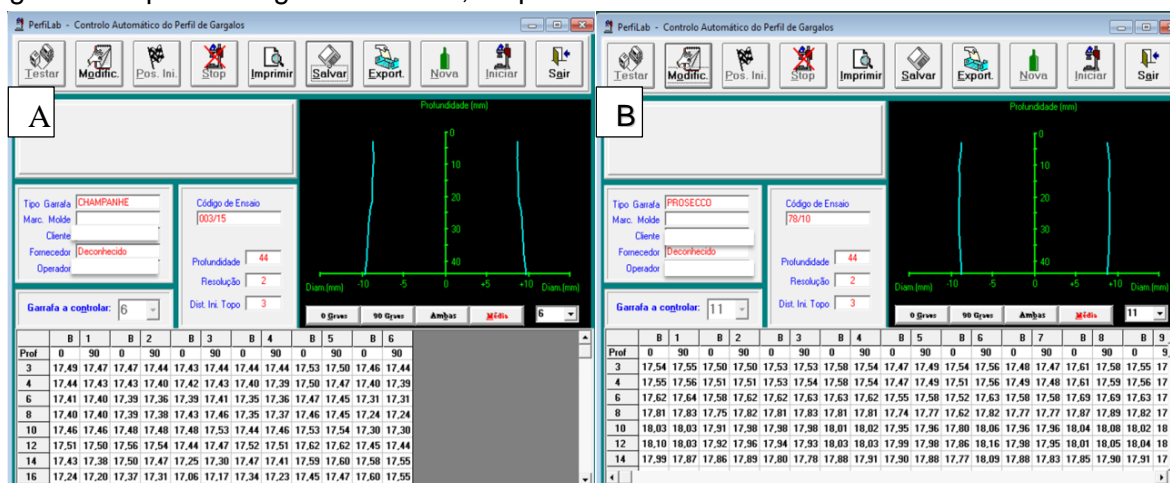


Figura 27 – A- representação gráfica do perfil da garrafa A; B- representação gráfica do perfil da garrafa B

Numa segunda fase é efetuado o engarrafamento por classes, com bebida gaseificada no interior para uma simulação mais correta da realidade.

Após sete dias é removida a rolha, verificando-se o aspeto visual imediatamente após a extração e 2 horas depois.

Após a medição dos perfis das garrafas foram obtidas as tabelas 26 e 27, onde se encontram os resultados da média das medidas do diâmetro interno do gargalo das

seis garrafas (G1 até G6) utilizadas de cada tipo, determinando-se assim a profundidade a que se deveria engarrafar. Para a garrafa A o valor ótimo é nos 18 mm e para a garrafa B os 16 mm.

**Tabela 26 - Média das medidas a 0 e 90 graus (mm) da garrafa A**

Prof.	G1	G2	G3	G4	G5	G6
3,0	17,48	17,46	17,44	17,44	17,52	17,45
4,0	17,44	17,42	17,43	17,40	17,49	17,40
6,0	17,41	17,38	17,40	17,36	17,46	17,31
8,0	17,40	17,39	17,45	17,36	17,46	17,24
10,0	17,46	17,48	17,51	17,45	17,54	17,30
12,0	17,51	17,55	17,46	17,52	17,62	17,45
14,0	17,41	17,49	17,28	17,44	17,60	17,57
16,0	17,22	17,34	17,12	17,29	17,46	17,58
18,0	17,08	17,25	17,09	17,20	17,34	17,57
20,0	17,10	17,30	17,26	17,25	17,31	17,63
22,0	17,32	17,51	17,63	17,47	17,43	17,78
24,0	17,73	17,85	18,10	17,81	17,70	18,01
26,0	18,20	18,18	18,54	18,13	18,01	18,23
28,0	18,62	18,46	18,89	18,38	18,27	18,40
30,0	18,94	18,66	19,14	18,59	18,46	18,53
32,0	19,17	18,83	19,33	18,75	18,57	18,61
34,0	19,35	18,97	19,48	18,89	18,65	18,68
36,0	19,49	19,11	19,61	19,03	18,71	18,75
38,0	19,64	19,26	19,76	19,18	18,78	18,86
40,0	19,79	19,43	19,93	19,35	18,89	19,00
42,0	19,97	19,63	20,14	19,54	19,03	19,18
44,0	20,19	19,86	20,37	19,75	19,22	19,39

**Tabela 27 - Média das medidas a 0 e 90 graus (mm) da garrafa B**

Prof.	G1	G2	G3	G4	G5	G6
3,0	17,55	17,50	17,53	17,56	17,48	17,55
4,0	17,56	17,51	17,54	17,56	17,48	17,54
6,0	17,63	17,60	17,63	17,63	17,57	17,58
8,0	17,82	17,79	17,82	17,81	17,76	17,72
10,0	18,03	17,95	17,98	18,02	17,96	17,93
12,0	18,07	17,94	17,94	18,03	17,99	18,01
14,0	17,93	17,88	17,79	17,90	17,89	17,93
16,0	17,86	17,91	17,74	17,81	17,84	17,86
18,0	17,91	18,07	17,80	17,85	17,92	17,94
20,0	18,04	18,27	17,90	18,00	18,03	18,12
22,0	18,12	18,40	17,93	18,12	18,11	18,27
24,0	18,15	18,47	17,92	18,19	18,12	18,35
26,0	18,14	18,50	17,89	18,21	18,10	18,36
28,0	18,11	18,52	17,86	18,20	18,04	18,33
30,0	18,06	18,52	17,85	18,18	17,98	18,27
32,0	18,00	18,50	17,83	18,15	17,91	18,21
34,0	17,93	18,48	17,81	18,12	17,84	18,13
36,0	17,85	18,45	17,80	18,08	17,77	18,05
38,0	17,75	18,40	17,78	18,03	17,70	17,95
40,0	17,65	18,34	17,75	17,98	17,62	17,85
42,0	17,55	18,27	17,72	17,91	17,52	17,73
44,0	17,45	18,20	17,67	17,83	17,43	17,61

Após os sete dias de engarrafamento com bebida gaseificada as rolhas apresentam um aspeto visual distinto entre si, podendo assim concluir que o local de engarrafamento não determina a recuperação do formato da rolha, sendo apenas as características da cortiça presente em cada rolha as responsáveis por esse facto.



Figura 28- Rolhas após 7 dias das garrafas A

Na figura 28 é possível verificar que apenas duas rolhas não recuperam após sete dias. Já na figura 29 mostra-se que apenas uma rolha não recupera.



Figura 29- Rolhas das garrafas B após 7 dias

## 5.2 Estudo da absorção em estufa

### 5.2.1 Discos

Este estudo tinha como principal objetivo determinar a quantidade de água absorvida pelos discos e a verificação da diferença da absorção por parte dos discos com defeito verde, uma vez que estes apresentam valores de humidade superiores.

Colocou-se 20 discos de cada classe e 20 discos com defeito verde, submersos em água, na estufa durante 72 horas, a 50 °C.

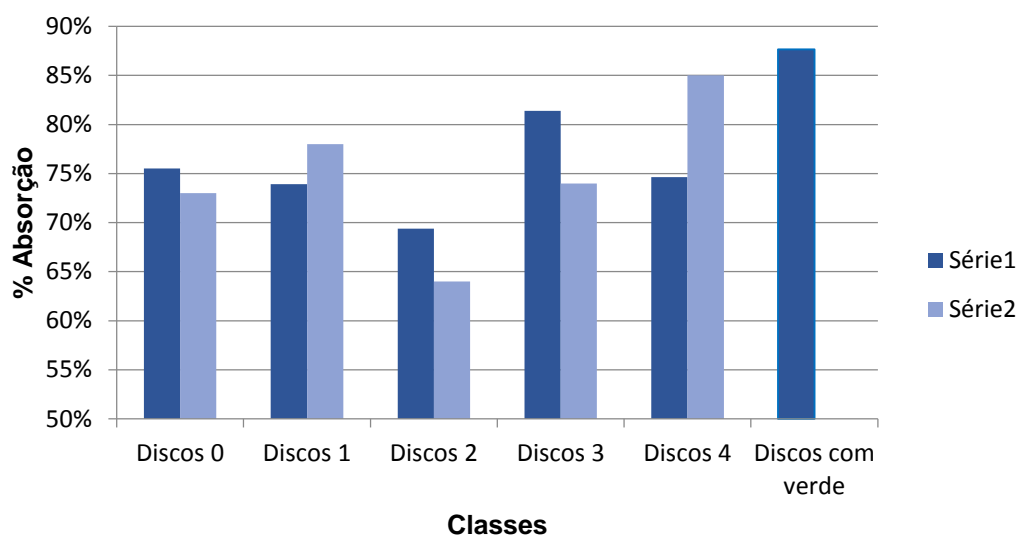


Figura 30 - Percentagem de absorção em discos de diferentes classes e com verde.

Na figura 30 encontram-se os resultados obtidos onde é possível concluir que os discos com defeito verde têm uma maior percentagem de absorção de água que os discos considerados normais de diferentes classes.

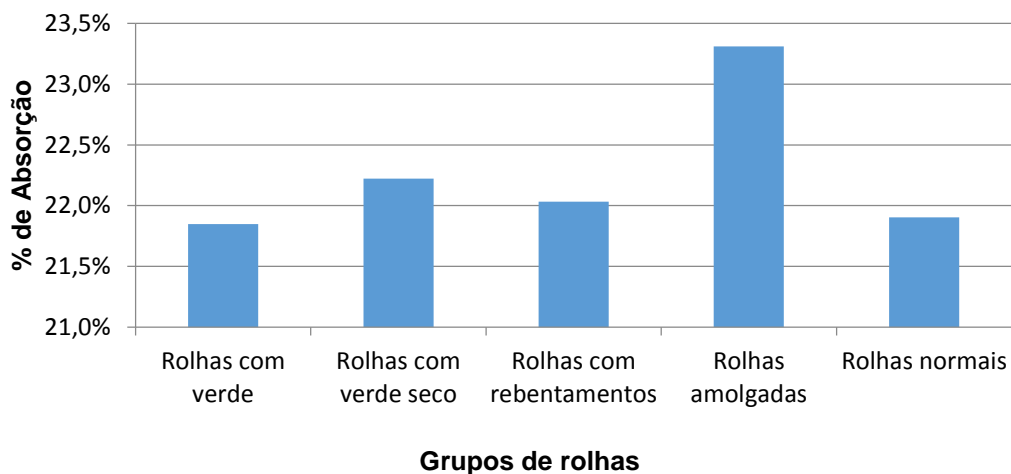
Tabela 28 - Resultados dos ensaios 1 e 2

Série 1						Série 2				
Discos verdes	Discos 0	Discos 1	Discos 2	Discos 3	Discos 4	Discos 0	Discos 1	Discos 2	Discos 3	Discos 4
87%	76%	74%	69%	81%	75%	73%	78%	64%	74%	85%

Na tabela 28 encontram-se os médios obtidos nos dois ensaios realizados, apenas se tendo testado disco com verde na série 1.

### 5.2.2. Rolhas

Foram submetidas ao ensaio de absorção em estufa cinco grupos distintos de rolhas de champagne, sendo classificadas como: rolha com defeito verde, rolhas com defeito verde seco, rolhas rebentadas, rolhas amolgadas e rolhas com características normais.



**Figura 31 - Percentagem de Absorção em rolhas com diferentes características**

Após o ensaio verificou-se que todos os grupos de rolhas apresentavam valores semelhantes entre si, e muito inferiores ao valor de 45% estabelecido como limite de rejeição para as rolhas de champanhe, segundo a norma interna.

**Tabela 29 - Resultados de absorção em estufa com rolhas**

Rolhas com verde	21,8%
Rolhas com verde seco	22,2%
Rolhas com rebentamentos	22,0%
Rolhas amolgadas	23,3%
Rolhas normais	21,9%

Na tabela 29, são apresentados os valores médios de absorção dos diferentes grupos de rolhas testadas.

### 5.3 Comparação dos métodos de deteção sensorial

O estudo da comparação dos métodos de deteção sensorial surgiu pela necessidade de confronto de entre os dois métodos. Consistiu na realização de dez ensaios, em que se utilizaram 100 discos por ensaio, submetendo metade do disco a cada um dos métodos. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 30.

**Tabela 30 - Comparação entre os dois métodos de deteção sensorial, sendo a quantificação expressa em ng/L**

Método Expedito			Método Interno		
Ensaio	Odor	Quantificação	Ensaio	Odor	Quantificação
1	20 - Mofo (2)	0,49	1	25 - Mofo (2)	0,49
	<b>35 - Mofo (3)</b>	<b>0,49</b>		<b>35 - Mofo (3)</b>	<b>0,49</b>
	71 - TCA (2)	1,20		40 - Mofo (2)	0,49
			<b>71 - TCA (3)</b>	<b>19,4</b>	
2	<b>28 - Mofo(2)</b>	<b>0,80</b>	2	8 - Mofo (2)	0,49
	37 - Mofo (2)	0,50		13 - TCA (2)	3,00
				<b>28 - Mofo (2)</b>	<b>0,70</b>
			37 - Mofo (2)	0,50	
			<b>59 - TCA (2)</b>	<b>2,20</b>	
3	<b>28 - Mofo(4)</b>	<b>0,49</b>	3	<b>28 - Mofo (4)</b>	<b>0,49</b>
	47 - TCA (2)	6,10		47 - TCA (2)	2,20
	59 - Mofo (2)	0,49		59 - Mofo (2)	0,49
	81 - Terra(2)	0,49		63 - TCA (2)	1,20
	95 - Bolor (2)	0,49		<b>81 - Terra (2)</b>	<b>0,49</b>
4	Sem Odor		4	Sem Odor	
5	96 - Mofo (2)	0,49	5	96 - Mofo (2)	0,49
6	Sem Odor		6	Sem Odor	
7	18 - Mofo (2)	0,49	7	<b>48 - TCA (2)</b>	<b>1,20</b>
	<b>48 - TCA (3)</b>	<b>2,30</b>		<b>51 - Mofo (3)</b>	<b>1,00</b>
	51 - Mofo (2)	0,70		93 - TCA (3)	25,6
8	11 - Mofo (3)	0,49	8	11 - Mofo (3)	0,49
	<b>69 - Mofo (3)</b>	<b>0,49</b>		<b>69 - Mofo (3)</b>	<b>0,49</b>
	80 - Mofo (3)	0,50		79 - TCA (2)	1,10
9	<b>14 - Mofo (2)</b>	<b>0,49</b>	9	12 - Mofo (2)	0,49
				<b>14 - Mofo (2)</b>	<b>0,49</b>
	40 - Mofo (2)	0,49		38 - TCA (2)	1,20
			55 - TCA (2)	1,80	
10	33 - TCA (2)	1,30	10	33 - TCA (2)	1,10
	<b>61 - TCA (2)</b>	<b>3,70</b>		<b>61 - Mofo (2)</b>	<b>0,49</b>

Ao longo dos 10 ensaios realizados, nem sempre se verificou concordância entre os frascos e odores encontrados. São assinalados a negrito as respetivas concordâncias dentro de cada ensaio.

Na figura 32 apresenta-se o gráfico com a distribuição de deteção de TCA ao longo dos dez ensaios. Verifica-se que o método interno detetou mais discos com TCA.

Não existe registo de odores a TCA pelos dois métodos de deteção sensorial nos ensaios 4,5 e 6. Assinala-se a existência de odores detetados apenas pelo método interno nos ensaios 8 e 9.

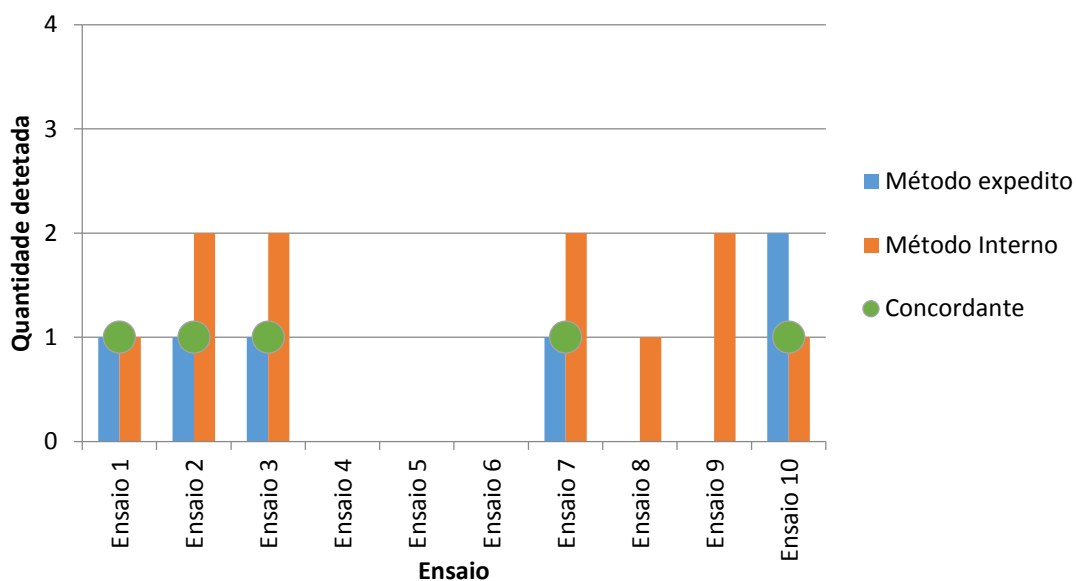


Figura 32 - Detecção de TCA pelos métodos expedito e interno

A figura 33 apresenta os resultados da deteção de mofos ao longo dos dez ensaios, podendo concluir-se que não existiu concordância na maior parte dos ensaios.

Verificou-se a ausência de odores a mofo, pelos dois métodos, nos ensaios 4 e 6. E a deteção de mofos apenas pelo método expedito no ensaio 7, e pelo método interno no ensaio 10.

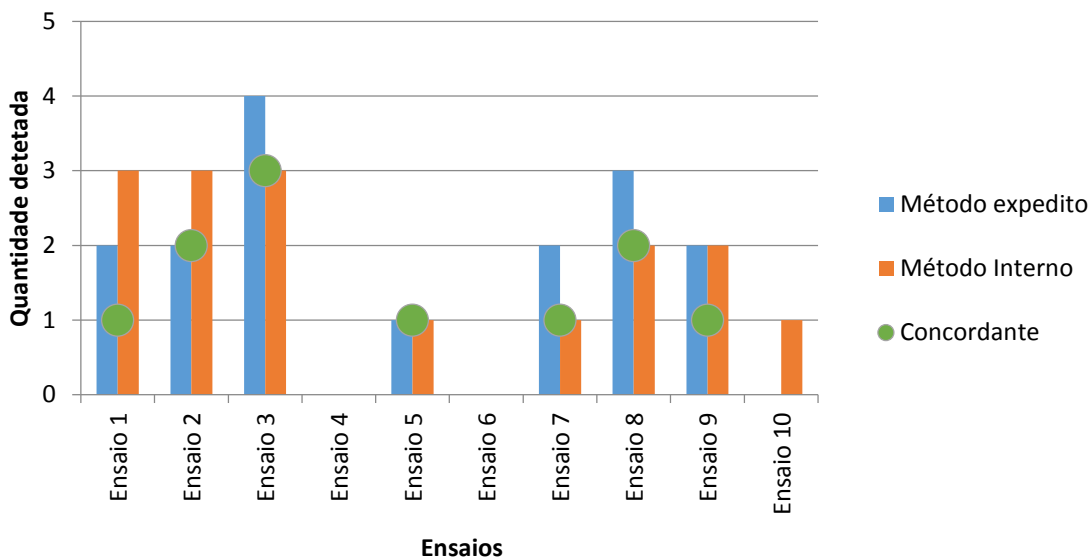


Figura 33 - Detecção de mofo pelos métodos expedito e interno

## 5.4 Consequências da retificação das rolhas de champanhe ao nível sensorial

Por questões de aproveitamento e rentabilização de matéria-prima, muitas vezes são aproveitadas rolhas de calibres superiores para produzir rolhas com calibres inferiores, surgindo a necessidade de perceber quais as consequências deste processo ao nível sensorial.

Este estudo consistiu em executar o teste de *sniffing* a 4843 rolhas divididas por dez ensaios, antes e após retificação para calibres inferiores.

Na tabela 31 são compilados os resultados dos dez ensaios efetuados.

**Tabela 31 - Resultados de *sniffing* antes e depois da retificação**

	Odores Antes Retificação	% Antes	Odores Após Retificação	% Após	Total de rolhas sujeitas a ensaio	Variação
Ensaio 1	11	4,6	25	10,5	238	5,9
Ensaio 2	23	5,3	22	5,0	437	-0,2
Ensaio 3	20	3,3	33	5,4	608	2,1
Ensaio 4	13	3,1	29	7,0	415	3,9
Ensaio 5	26	4,8	37	6,8	545	2,0
Ensaio 6	24	5,0	34	7,0	484	2,1
Ensaio 7	22	4,9	22	4,9	450	0,0
Ensaio 8	12	2,5	20	4,2	474	1,7
Ensaio 9	14	2,4	13	2,2	578	-0,2
Ensaio 10	27	4,4	26	4,2	614	0
		4,0		5,7	4843	

No final, concluiu-se que, em média, aparecem mais odores após a retificação, levando a um aumento do controlo final das rolhas obtidas por esse processo.

## 6. Conclusão

O trabalho desenvolvido ao longo deste período de nove meses contribuiu significativamente para a angariação de conhecimento ao nível industrial e desenvolvimento do controlo da qualidade na unidade industrial Champcork.

O estudo da quantificação do custo e tempo de todas as análises efetuadas no laboratório permitiu já uma melhor gestão dos recursos humanos e rentabilização do material disponível.

A verificação da absorção em estufa de rolhas e discos contribuiu para o conhecimento do comportamento da matéria-prima quando sujeita a condições previamente definidas.

O ensaio com garrafas distintas permitiu afirmar que não importa a profundidade à qual se engarrafa, sendo o único motivo da não recuperação da rolha de champanhe as características intrínsecas da própria rolha, como é possível verificar nas figuras 28 e 29.

Ao nível de deteção sensorial a evolução também foi bastante positiva, tendo sido realizados dois estudos distintos com o objetivo de certificar a qualidade sensorial do produto final.

A experiência, muito positiva, proporcionada por este estágio, permitiu conhecer e desenvolver trabalho ao nível industrial, demonstrando a importância da partilha de conhecimento entre a universidade e as empresas, adquirir maior experiência prática bem como desenvolver uma maior capacidade de trabalho em equipa, valorizando o esforço pessoal e profissional.

## 7. Bibliografia

- [1] Corticeira Amorim, <http://www.amorim.com>, consultado em Abril de 2015.
- [2] *Manual de Acolhimento*, Corticeira Amorim, S.G.P.S., S.A, Maio de 2014.
- [3] Pereira, H., Rosa, M., Fortes, M. A., *The Cellular Structure of Cork from Quercus Suber L.*, IAWA Bulletin n. s., 8, 213-218, (1987).
- [4] *A Arte da Cortiça*, Corticeira Amorim, S.G.P.S., S.A., 2ª Edição, Porto, 2014.
- [5] Informação interna: ficha técnica de rolhas de champanhe.
- [6] Coque, J., et al., *Contaminação do Vinho por Haloanisóis: Desenvolvimento de estratégias biotecnológicas para prevenir a contaminação de rolhas de cortiça por cloroanisóis*, APCOR, Santa Maria de Lamas, 2006.
- [7] Silva, A., *Estudo da relação entre parâmetros de qualidade de rolhas de cortiça e a sua contaminação com 2,4,6-tricloroanisol*, Departamento de Química, Universidade de Aveiro, 2009.
- [8] Fonseca, M.F. 2,4,6 – Tricloroanisol: validação do método de análise e estudos de adsorção e dessorção em rolhas de cortiça. Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro, 2013.