

Catarina Grécio Moreira da Silva

Licenciada em Ciências de Engenharia Química e Bioquímica



**Análise de tendências e gestão eficaz de
fornecedores aplicados à enologia -
Referencial BRC Versão 8**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre
em **Engenharia Química e Bioquímica**

Orientador: Professor Doutor Mário Fernandes José Eusébio, Professor Auxiliar, Faculdade de
Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Co-orientador: Engenheira Inês de Castro Filipe, Chefe de Laboratório – José Maria da Fonseca,
Vinhos SA

Júri:

Presidente: Professora Doutora Ana Isabel Nobre Martins Aguiar de Oliveira Ricardo

Arguente: Professora Doutora Maria Paula Amaro de Castilho Duarte

Vogal: Professor Doutor Mário Fernando José Eusébio

Catarina Grécio Moreira da Silva

Licenciada em Ciências de Engenharia Química e Bioquímica



**Análise de tendências e gestão eficaz de
fornecedores aplicados à enologia -
Referencial BRC Versão 8**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre
em **Engenharia Química e Bioquímica**

Orientador: Professor Doutor Mário Fernandes José Eusébio, Professor Auxiliar, Faculdade de
Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Co-orientador: Engenheira Inês de Castro Filipe, Chefe de Laboratório – José Maria da Fonseca,
Vinhos S.A.

Júri:

Presidente: Professora Doutora Ana Isabel Nobre Martins Aguiar de Oliveira Ricardo

Arguente: Professora Doutora Maria Paula Amaro de Castilho Duarte

Vogal: Professor Doutor Mário Fernando José Eusébio

Referencial BRC na Enologia José Maria da Fonseca, Vinhos SA

Copyright © Catarina Grécio Moreira da Silva, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Após a realização desta dissertação, quero agradecer a todos os que contribuíram e me motivaram para o sucesso e conclusão de mais uma etapa acadêmica.

Em especial gostava de agradecer ao meu orientador, o Professor Mário Eusébio, por todo o apoio prestado não só ao longo do desenvolvimento desta dissertação, mas também ao longo de todo o meu período curricular na FCT.

Quero agradecer à empresa José Maria da Fonseca, pela oportunidade proporcionada e a todos os seus colaboradores que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta dissertação. À minha co-orientadora, Engenheira Inês Filipe, um muito obrigado, por toda a preocupação, apoio e confiança depositada.

Ao meu namorado, José, pela força transmitida, paciência, carinho e companheirismo durante todo este percurso.

Aos meus afilhados académicos, Ricardo e Diogo, que me apoiaram e se demonstraram disponíveis mesmo nas alturas de mais testes e trabalhos.

Por último quero agradecer à minha família com especial destaque para os meus pais e para os meus avós por me apoiarem e acreditarem em todas as minhas escolhas e por me permitirem chegar até onde cheguei hoje.

A todos, o meu mais profundo obrigado!

Resumo

A presente dissertação foca-se no referencial BRC *food safety* versão 8 e nas principais alterações face à versão anterior, que apesar de já implementada na empresa apresentava algumas hipóteses de melhoria como a análise de tendência aos contaminantes do vinho e a gestão eficaz de fornecedores.

Foi realizada uma análise de tendências aos contaminantes do vinho, onde se verificou que desde 2016 até 2019 a concentração destes manteve-se sempre abaixo dos limites de quantificação legais. No contexto da análise de tendências, foi feita uma análise estatística à variação dos teores de dióxido de enxofre (SO₂) da passagem do vinho em cuba para o produto acabado. Verificou-se o maior decréscimo no vinho Tinto B, seguindo-se o vinho Tinto C e o Branco D que não possuem diferenças significativas entre si, e por último os vinhos Rosé A e Branco E que também não apresentavam diferenças significativas. Foi também possível verificar que os vinhos tintos apresentavam um maior decréscimo dos teores de SO₂, vinho Tinto B (12,5 mg/L) e vinho Tinto C (11 mg/L). Podendo-se concluir que a produção dos vinhos embalados em bag-in-box (vinho Tinto B) apresentava um decréscimo mais acentuado quando em comparação com os vinhos engarrafados em garrafa (vinho Tinto C). Fatores como a composição fenólica e as condições de engarrafamento (caudal, paragens na linha e maior distância percorrida pelo vinho) podem afetar a variação dos teores de SO₂ significativamente.

Com a finalidade de melhorar a gestão de fornecedores foi efetuada uma análise de risco (FMEA) às folhas de cálculo utilizadas pela empresa e às mesmas após a implementação de algumas ações de melhoria. Foi possível verificar que o nível de risco associado à utilização das folhas de cálculo reduziu significativamente, permitindo deste modo a realização de uma gestão de fornecedores mais eficaz.

Palavras-Chave: *British Retail Consortium* (BRC), Análise de tendências, Contaminantes do vinho, Gestão de fornecedores

Abstract

This dissertation focuses on the BRC food safety version 8 and on the main changes compared to the previous version, which despite having already been implemented in the company, presented some improvement possibilities such as the analysis of contaminants tendency in wine and the effective management of suppliers.

A trend analysis of wine contaminants was carried out, where it was found that from 2016 to 2019 their concentration has always remained below the legal quantification limits. In the context of trend analysis, a statistical analysis was made of the variation in the levels of sulfur dioxide (SO₂) from the passage of wine in vats to the finished product. The biggest decrease was seen in Red wine B, followed by Red wine C and White wine D, which do not have significant differences between them, and finally, Rosé wine A and White wine E, which also did not present significant differences. It was also possible to verify that red wines showed a bigger decrease in the levels of SO₂, Red wine B (12.5 mg / L) and Red wine C (11 mg / L). It can be concluded that the production of wines packaged in bag-in-box (Red wine B) showed a more pronounced decrease when compared to wines bottled in glass bottles (Red wine C). Factors such as phenolic composition and bottling conditions (flow, stops at the line and greater distance traveled by the wine) can significantly affect the variation in SO₂ levels.

In order to improve supplier management, a risk analysis (FMEA) was carried out on the spreadsheets used by the company and on them after the implementation of some improvement actions. It was possible to verify that the level of risk associated with the use of spreadsheets has reduced significantly, allowing a more efficient supplier management.

Keywords: British Retail Consortium (BRC), Trend analysis, Wine contaminants, Supplier management

Índice

| | |
|--|----|
| 1. Enquadramento e motivação | 1 |
| 1.1. Motivação e objetivos | 1 |
| 1.2. José Maria da Fonseca – Vinhos SA | 2 |
| 2. Revisão de literatura | 5 |
| 2.1. Referencial de segurança alimentar – BRC | 5 |
| 2.1.1. Atualizações da BRC versão 7 para versão 8 | 5 |
| 2.1.2. Aprovação e monitorização de fornecedores e matérias primas | 9 |
| 2.1.3. Benefícios da certificação BRC | 11 |
| 2.2. Sistema HACCP | 12 |
| 2.3. Processamento dos vinhos | 14 |
| 2.4. Conservação dos vinhos | 18 |
| 2.4.1. Conservação convencional - SO ₂ | 18 |
| 2.4.2. Métodos químicos alternativos | 23 |
| 2.4.3. Métodos físicos alternativos | 24 |
| 2.5. Contaminantes do vinho | 25 |
| 2.5.1. Metais pesados | 25 |
| 2.5.2. Pesticidas e fungicidas | 28 |
| 2.5.3. Alergénios | 28 |
| 2.5.4. Ocratoxina A | 30 |
| 2.5.5. Melamina | 32 |
| 3. Materiais e métodos | 33 |
| 3.1. Análise de tendências - Dióxido de enxofre | 33 |

| | |
|---|----|
| 3.2. Gestão eficaz de fornecedores | 38 |
| 4. Resultados e discussão | 41 |
| 4.1. Análise de tendências aos contaminantes | 41 |
| 4.1.1. Variação do dióxido de enxofre livre e total | 42 |
| 4.2. Gestão eficaz de fornecedores | 48 |
| 4.2.1. Constituição dos ficheiros excel | 48 |
| 4.2.2. Análise de risco das folhas de gestão de fornecedores..... | 53 |
| 5. Conclusão e trabalho futuro | 57 |
| Referências bibliográficas | 59 |
| Apêndice A – Registos analíticos dos vinhos analisados | 63 |
| Apêndice B – Métodos analíticos SO ₂ livre e total | 75 |

Lista de tabelas

| | |
|---|----|
| Tabela 1.1 – Vinhos produzidos pela JMF na categoria de Grandes Marcas. | 2 |
| Tabela 1.2 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Sem Álcool. | 2 |
| Tabela 1.3 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Premium. | 3 |
| Tabela 1.4 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Super Premium..... | 3 |
| Tabela 2.1 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 1 e 2. | 6 |
| Tabela 2.2 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 3. | 7 |
| Tabela 2.3 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 4, 5, 6 e 7..... | 8 |
| Tabela 2.4 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 8 e 9. | 9 |
| Tabela 2.5 – Intervalo de temperatura ideal de fermentação para o vinho tinto, branco e rosé. | 16 |
| Tabela 2.6 - Limites analíticos e limites de emprego de SO ₂ total, em vinhos. | 22 |
| Tabela 2.7 – Fatores ambientais e antropogênicos de contaminação por metais pesados. | 26 |
| Tabela 2.8 - Valores de especificação para a utilização de albumina. | 29 |
| Tabela 3.1 – Descrição dos testes de normalidade. | 34 |
| Tabela 3.2 – Descrição do teste ANOVA One Way. | 36 |
| Tabela 3.3 – Descrição dos testes não paramétricos para comparação dos valores médios entre populações. | 37 |
| Tabela 3.4 - Descrição dos testes de comparações múltiplas..... | 37 |
| Tabela 3.5 – Índices de probabilidade e respetivos critérios. | 38 |
| Tabela 3.6 – Índice de gravidade e respetivos critérios..... | 39 |
| Tabela 3.7 – Níveis de risco, calculados pelo produto da gravidade (G) e da probabilidade (P) de ocorrência de uma determinada falha. | 39 |
| Tabela 4.1 - Análise de tendências dos metais pesados de 2016 a 2019. | 41 |
| Tabela 4.2 – Tabela resumo dos vinhos analisados. | 42 |
| Tabela 4.3- Teste de Kolmogorov-Smirnov e Shaphiro-Wilk para as variações do SO ₂ livre para cada vinho. | 44 |

| | |
|--|----|
| Tabela 4.4 - Teste de Kolmogorov-Smirnov e Shaphiro-Wilk para as variações do SO ₂ total para cada vinho. | 44 |
| Tabela 4.5 - Teste Kruskal-Wallis variações do SO ₂ livre e SO ₂ total. | 45 |
| Tabela 4.6 – Diferenças significativas das variações de SO ₂ livre entre os vários vinhos - Teste de Dunn, comparações múltiplas para as variações de SO ₂ livre | 45 |
| Tabela 4.7 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos fornecedores de uva..... | 50 |
| Tabela 4.8 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos fornecedores de vinho, mosto e aguardente. | 51 |
| Tabela 4.9 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos produtos enológicos. | 52 |
| Tabela 4.11 – Exemplo da tabela presente na folha de avaliação de fornecedores. | 52 |
| Tabela 4.12 – Exemplo da tabela presente na folha de contactos. | 53 |
| Tabela 4.13 – Análise de risco (FMEA) - folhas de cálculos originais. | 54 |
| Tabela 4.14 - Análise de risco (FMEA) - folhas de cálculos eletrónicas depois da aplicação das ações de melhoria. | 55 |

Lista de figuras

| | |
|---|----|
| Figura 2.1 – Pontos necessários para a avaliação de risco das matérias primas..... | 9 |
| Figura 2.2 – Combinações necessárias à aprovação de fornecedores..... | 10 |
| Figura 2.3 – Os sete princípios do sistema HACCP. | 13 |
| Figura 2.4 - Árvore de decisão HACCP- Codex Alimentarius..... | 14 |
| Figura 2.5 - Fluxograma das etapas de produção do vinho, branco, rosê e tinto. | 15 |
| Figura 2.6 - Estados do SO ₂ total e as suas formas. | 18 |
| Figura 2.7 – Propriedades do SO ₂ na sua forma livre e combinada..... | 19 |
| Figura 2.8 - Distribuição das diferentes espécies de SO ₂ livre em função do pH. | 20 |
| Figura 2.9 – Principais métodos químicos alternativos á utilização SO ₂ na conservação do vinho. | 23 |
| Figura 2.10 - Métodos físicos alternativos à utilização do SO ₂ na produção de vinho..... | 24 |
| Figura 2.11 – Representação esquemática do processo de fabrico do vinho. Etapas de produção do vinho tinto (direita) e do vinho branco/rosê (esquerda). | 31 |
| Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia adotada para a comparação de valores médios de uma mesma variável em dois ou mais grupos independentes. | 34 |
| Figura 3.2 - Fluxograma de implementação FMEA. | 40 |
| Figura 4.1 – Diagrama de extremos do quartis da variação de SO ₂ livre..... | 43 |
| Figura 4.2 – Diagrama de extremos do quartis da variação de SO ₂ total..... | 43 |
| Figura 4.3 – Diagrama de causa e efeito para a diminuição do SO ₂ livre após o engarrafamento. | 46 |
| Figura 4.4 – Exemplo da folha de rosto do ficheiro Excel..... | 48 |
| Figura 4.5 – Exemplo da folha de relatório do ficheiro Excel..... | 49 |

Lista de siglas, abreviaturas e acrónimos

AAB – *Acetic Acid Bacteria*
BRC – Norma BRC (*British Retail Consortium*)
DMDC – Dimetil Dicarbonato
EDTA – Ácido etilenodiamino tetra-acético
FAO – *Food and Agriculture Organization*
GFSI – *Global Food Safety Initiative*
HACCP – *Hazard Analysis and Critical Control Points*
IFS – *International Food Standard*
ISO – *International Organisation for Standardisation*
IVV – Instituto da Vinha e do Vinho
JMF – José Maria da Fonseca
LAB – *Lactic Acid Bacteria*
MS - Microsoft
NASA – *National Aeronautics and Space Administration*
NC – Não-conformidades
OIV – Organização Internacional da Vinha e do Vinho
OMS – Organização Mundial de Saúde
OTA – Ocratoxina A
PAL – Preparação, Armazenagem, Lotes
PCC – Pontos Críticos de Controlo
PPR – Programa de Pré-Requisitos
WHO – *World Health Organization*

1. Enquadramento e motivação

1.1. Motivação e objetivos

Desde os anos 90 que o surgimento de crises alimentares tem vindo a despertar para a importância das questões de segurança alimentar, levando à criação de vários referenciais e requisitos legais. Para além disso, com a evolução dos diferentes processos e da própria sociedade aumentaram também as exigências e preocupações por parte do consumidor.

Assim sendo, cada vez mais a implementação de um sistema de gestão de segurança alimentar é imprescindível nas áreas de indústrias alimentares de forma a garantir a produção de alimentos seguros e próprios para consumo. Estes sistemas levam ao aumento da competitividade das empresas, ao aumento da facilidade de integração nos mercados internacionais e ao aumento da confiança do consumidor, sendo assim essencial a sua constante atualização.

O regulamento (CE) nº 852/2004 do parlamento europeu e do conselho de 29 de abril de 2004 veio estabelecer os requisitos gerais de higiene e a implementação dos princípios do HACCP (*Hazard Analysis and Critical Control Points*) que reforçam a responsabilidade dos operadores das empresas do setor alimentar [1].

Foram criados ainda vários referenciais, que incluem ferramentas que apoiam e completam a metodologia HACCP, como por exemplo: o ISO (*International Organization for Standardization*), o BRC (*British Retail Consortium*) e a IFS (*International Food Standard*).

Concretamente no presente trabalho serão analisados os pontos de atualização do referencial BRC na passagem da versão 7 para a versão 8 numa empresa produtora de vinhos, a José Maria da Fonseca Vinhos – SA, focando-se nos seguintes pontos:

1. Análises laboratoriais de controlo de qualidade do produto;
2. Gestão eficaz de fornecedores;
3. Análise de tendências: contaminantes (metais pesados, pesticidas, ocratoxina A, alergénios e melamina).

1.2. José Maria da Fonseca – Vinhos SA

A empresa José Maria da Fonseca (JMF) exerce a sua atividade no setor dos vinhos desde 1834 e é um dos líderes nas áreas da produção e comercialização de vinhos de mesa e generosos, exportando cerca de 60% da sua produção para mais de 70 países. É um negócio de carisma familiar com quase dois séculos de história, que se pode caracterizar pelo título “Inovação e Tradição”.

A JMF produz mais de 30 marcas de grande qualidade, utilizando cerca de 650 hectares de vinha, distribuídas pelas principais regiões vitivinícolas nacionais, Alentejo, Douro e Península de Setúbal.

Tem vindo a consolidar o seu posicionamento no mercado nacional e internacional, tendo como pilares da sua atuação: a qualidade, a legalidade, a integridade e a segurança.

A JMF foi a primeira organização produtora de vinhos de mesa a obter a certificação de um sistema de qualidade, segundo a norma ISO 9002 (em 1996) e a primeira empresa a obter uma certificação ambiental em 2004, pela norma internacional ISO 14001. Possui atualmente a certificação BRC [2].

Os vinhos produzidos pela José Maria da Fonseca, dividem-se em seis grandes grupos: Grandes Marcas, Premium, Super Premium, Sem álcool, Generosos e Fraqueira.

Tabela 1.1 – Vinhos produzidos pela JMF na categoria de Grandes Marcas.

| BSE | Montado (Tinto e Branco) | Periquita (Tinto, Branco e Rosê) | Ripanço | Lancers (Rosê, Branco, Rosê s/alcoól, Branco s/alcoól, | JMF |
|---|---|---|---|--|---|
|  |  |  |  |  |  |

Tabela 1.2 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Sem Álcool.



Tabela 1.3 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Premium.

| Domini | José de Sousa | Periquita Reserva | Pasmados (tinto e branco) | Vinhas de Algeruz (tinto e branco) | Vinhas de Camarate (tinto e branco) |
|---|---|---|---|---|---|
|  |  |  |  |  |  |
| Coleção Privada Domingos Soares Franco | | | | Quinta de Camarate | |
|  | | | |  | |

Tabela 1.4 - Vinhos produzidos pela JMF na categoria Super Premium.

| Alambre Ice | Domini Plus | FSF | Hexagon | J de José de Sousa | José de Sousa Mayor | Periquita Superyor | Puro Talha |
|---|---|---|---|---|--|---|---|
|  |  |  |  |  |  |  |  |

Para além destes 4 grupos, temos ainda os vinhos generosos onde se inclui a Aguardente Espírito, Aguardente Velha Reserva 1964, Aguardente Mosca, Alambre, Bastardinho de Azeitão 40 anos, Coleção privada do Domingos Soares Franco Moscatel de Azeitão, Moscatel Roxo e Trilogia e os Vinhos Frasqueira como a Apothéose, Moscatel de Setúbal Superior 1911, Moscatel de Setúbal Superior 1955, Moscatel Roxo 1918 e o Moscatel Torna Viagem.

2. Revisão de literatura

2.1. Referencial de segurança alimentar – BRC

Em 1998 o BRC desenvolveu e publicou a Norma Global de Segurança Alimentar (GSFS) de modo a ajudar os retalhistas do Reino Unido na produção de alimentos seguros e na gestão da qualidade do produto de forma a garantir o cumprimento de todos os requisitos legais e a proteção do consumidor. Desde então foram publicadas várias versões, sendo que a versão 8, publicada em 2018, é a mais recente e foi implementada a partir do dia 1 de fevereiro de 2019 [3].

Atualmente, o BRC é reconhecido por ser um dos referenciais de certificação mais rigoroso, sendo um padrão global que confere à empresa a manutenção da reputação da sua marca. Isto só é possível através do cumprimento de todos os critérios de qualidade e segurança descritos na mesma, e necessários para o correto funcionamento de uma indústria alimentar, assim como para a obtenção de um produto seguro.

Tem neste momento mais de 28000 empresas com a sua certificação em mais de 130 países. De forma a responder à sua crescente e notória procura, a norma tem sido traduzida para várias línguas de forma a facilitar a sua aplicação [3].

2.1.1. Atualizações da BRC versão 7 para versão 8

Apesar da evolução entre as versões anteriores do referencial BRC, é na passagem da versão 7 para a versão 8 que se verificam mais mudanças significativas. Esta nova versão visa a integração mais vincada da filosofia “Planear – Fazer – Verificar – Agir ” (PDCA), de forma a aumentar o controlo e a melhoria contínua [4]. Apesar das várias alterações nas secções da norma, as mudanças mais notórias são na área de comprometimento de gestão, aprovação de fornecedores e monitorização, controlo de contaminações físicas, higiene e manutenção e controlo do produto e do processo.

Na versão 7 a norma era constituída por 7 secções, nesta nova versão foram acrescentadas duas novas secções, a secção 8 e a secção 9. Cada secção é introduzida com um parágrafo que descreve resumidamente o que a empresa tem de cumprir para obter a certificação. As secções são as seguintes:

1. Comprometimento de gestão de topo e melhoria contínua;
2. Plano de segurança alimentar – HACCP;
3. Sistema de gestão de qualidade e segurança alimentar;
4. Requisitos das instalações;

5. Controlo do produto;
6. Controlo do processo;
7. Colaboradores;
8. Áreas de produção de alto risco, cuidados elevados e ambiente de cuidado intenso;
9. Requisitos para comercialização de produtos.

De seguida apresentam-se descritas as principais mudanças ao longo da norma em relação à versão 7:

Tabela 2.1 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 1 e 2 [3, 5].

| Secção | Cláusulas | Alterações |
|--------|--|---|
| 1 | Comprometimento da gestão e melhoria contínua/ Cultura de qualidade e segurança alimentar | 1.1.2 A gestão de topo deve-se demonstrar totalmente comprometida com a implementação da norma e com os processos que facilitam a sua melhoria contínua no que toca à segurança dos alimentos; Deve também traçar um plano que promova o desenvolvimento e a melhoria contínua, tanto da cultura como da qualidade alimentar. |
| | Sistema para reportar ocorrências de forma confidencial | 1.1.5 Todos os colaboradores devem reportar qualquer suspeita de produtos ou matérias primas que não sejam seguros ou estejam fora dos limites de especificação. |
| | | 1.1.6 Todos devem ter acesso a um sistema que lhes permita denunciar incidentes ou ocorrências relativamente a segurança, integridade, qualidade e legalidade dos produtos de forma confidencial. Todas as investigações e ações tomadas devem ser registadas. |
| 2 | Plano de segurança alimentar HACCP | 2.1.1 Formação em segurança alimentar obrigatória para os chefes de equipa; Todos os membros das equipas devem ter conhecimentos específicos em HACCP e conhecimentos relevantes dos produtos, processos e perigos envolvidos. |

Tabela 2.2 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 3.

| | Secção | Cláusulas | Alterações |
|----------------------------|--|--|--|
| 3 | Auditorias internas | 3.4.1 | É obrigatório que existam auditorias internas em intervalos regulares, pelo menos 4 vezes por ano em vez de várias num curto espaço de tempo logo a seguir à auditoria BRC [6]. |
| | Matéria prima e aprovação de fornecedores | 3.5.1 | Foram incluídos reforços na importância da revisão contínua do desempenho dos fornecedores de acordo com os critérios baseados no risco e da existência de uma lista de fornecedores aprovada em papel ou em formato digital. |
| | | 3.5.2 | Foram adicionadas duas novas cláusulas de forma a melhorar a gestão de receção de mercadorias, incluindo a implementação de novos procedimentos de forma a garantir que as especificações dos produtos recebidos são as mais atuais [4]. |
| | Análise de causas | 3.7.3 | É definido que a análise de causas deve ser usada para implementar melhorias contínuas e impedir a recorrências de não-conformidades (NC), principalmente quando as análises de tendências indicam um aumento significativo num determinado tipo de NC, ou quando uma NC colocar em risco a segurança, a legalidade ou a qualidade de um produto. Permite estabelecer a causa e implementar uma ação preventiva [6]. |
| Crimes cibernéticos | 3.11.1 | A BRC versão 8 considera a segurança cibernética um fator de risco na segurança alimentar, tendo as empresas que implementar formas de gerir incidentes relacionados com a sua segurança cibernética. Nesta cláusula encontramos assim uma referência relativamente a ataques que comprometam segurança cibernética das empresas como um motivo para considerar a remoção de produtos sempre que a sua segurança, qualidade e legalidade estiver em risco. | |

Tabela 2.3 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 4, 5, 6 e 7.

| | Secção | Cláusulas | Alterações |
|----------|--|-------------------------|--|
| 4 | Segurança do produto/Food defense | 4.2.1 4.2.2 4.2.3 | A segurança alimentar e a contaminação intencional por fontes internas ou externas deve ser avaliada, definida, documentada, monitorizada e revista. |
| | Contaminantes físicos | 4.9.6 | Foi adicionada a secção, "Outros contaminantes físicos " que contém duas novas cláusulas. A primeira define os critérios que têm de ser cumpridos de forma a prevenir a contaminação das matérias primas através das suas embalagens, e a segunda o controlo que deve ser feito às canetas usadas em áreas de produção abertas e as características das mesmas. |
| | Monitorização ambiental | 4.11.8 | Devem existir planos de monitorização ambiental para a prevenção de contaminação por organismos patogénicos, organismos indicadores e organismos de degradação e devem incluir ainda todas as áreas de produção abertas e os produtos prontos a comer. |
| 5 | Fraude/avaliação de vulnerabilidade | 5.4.2 | Nas matérias primas deve existir informação documentada sobre o risco de adulteração ou substituição. |
| | Controlo de comida animal | 5.8 | Requer à organização que assegure que os produtos de comida animal sejam seguros e adequados para esse mesmo uso [4]. |
| 6 | Embalagem e rotulagem | 6.2.1 | Reforça que as alterações nos parâmetros impressos nos rótulos só devem ser finalizados/alterados por colaboradores autorizados. |
| | | 6.2.4 | Quando usada a verificação online dos equipamentos a empresa deve estabelecer e implementar procedimentos para testar os mesmos. Devem ser testados no início da produção da linha e no fim. Deve haver procedimentos implementados no caso de a verificação online falhar. |
| 7 | Embalagem e rotulagem | 7.1.5 | Todos os colaboradores relevantes devem receber formações sobre o processo de rotulagem, que foi desenhado de forma assegurar a correta rotulagem e embalamento dos produtos. |

Tabela 2.4 - Principais mudanças do referencial BRC versão 7 para a versão 8 – Secção 8 e 9.

| | Secção | Cláusulas | Alterações |
|---|--------|-----------|---|
| 8 | - | - | Todas as cláusulas relacionadas com as áreas de produção de alto risco, cuidados elevados e ambiente de cuidado intenso que na versão 7 faziam parte das secções 4 e 7, estão agora na secção 8. As empresas devem ser capazes de demonstrar que as instalações e controlos estão adequados para prevenir contaminações patogénicas dos produtos. |
| 9 | - | - | Exige procedimentos de aprovação de forma a garantir a segurança dos produtos alimentares, que cumprem os requisitos legais e que são fabricados segundo as suas especificações. Ao contrário da versão 7 onde esta secção era opcional, nesta nova versão todas as não conformidades referentes à mesma serão incluídas na nota final. |

2.1.2. Aprovação e monitorização de fornecedores e matérias primas

A empresa deve realizar uma avaliação de risco a todas as matérias primas ou grupo de matérias primas de forma a identificar os potenciais riscos para a segurança do produto, legalidade e qualidade. Essa avaliação deve considerar:

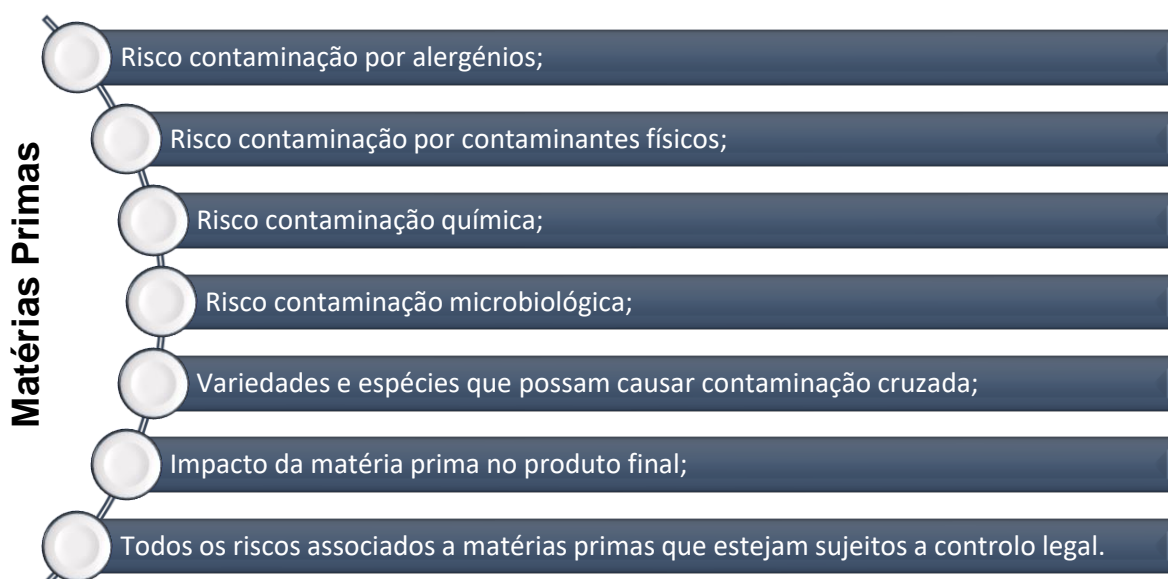


Figura 2.1 – Pontos necessários para a avaliação de risco das matérias primas.

A avaliação de risco deve ser atualizada sempre que haja uma mudança nas matérias primas, no seu processamento ou no seu fornecedor, sempre que surja um novo perigo associado ou quando houver algum problema no produto final onde uma matéria prima esteja implicada. Para além destas situações, a avaliação de risco deve ser atualizada no mínimo de três em três anos.

A empresa deve ainda ter um processo de aprovação de fornecedores baseado no seu risco e que inclua uma das combinações apresentadas na figura seguinte:

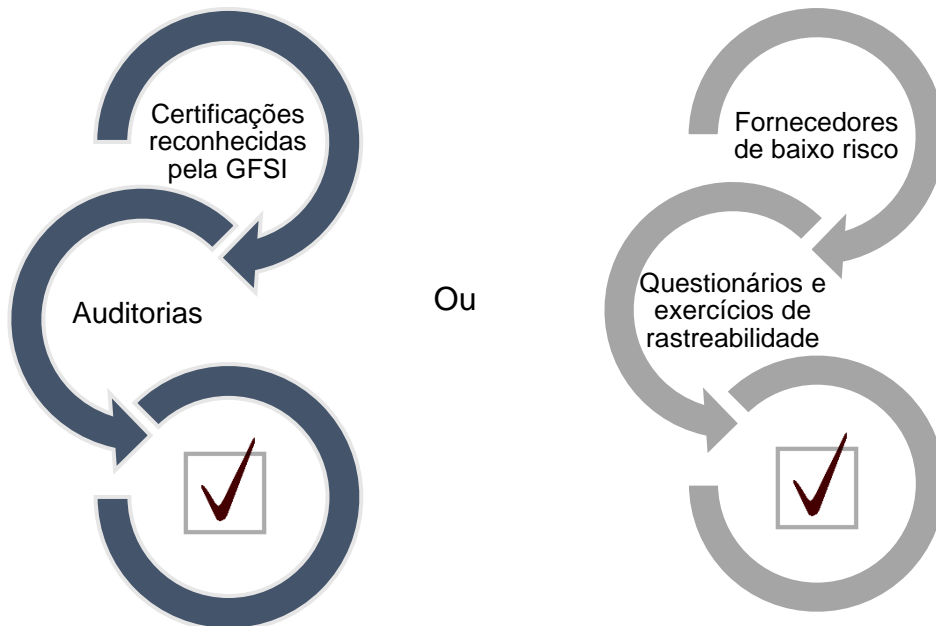


Figura 2.2 – Combinações necessárias à aprovação de fornecedores.

Na primeira combinação os fornecedores devem possuir uma certificação válida, que inclua as matérias primas que a empresa adquire, e que seja reconhecida pela GFSI (*Global Food Safety Initiative*), como por exemplo a BRC e a FSSC22000.

Devem ser também realizadas auditorias aos fornecedores, que incluam uma análise da segurança do produto, da sua rastreabilidade e uma revisão do plano HACCP, por um auditor de segurança de produto competente. No caso de estas auditorias serem realizadas por outrem, a empresa deve conseguir demonstrar a competência do auditor, confirmar que a auditoria aborda todos os temas referidos e ainda obter e rever uma cópia do relatório completo da mesma.

Na segunda combinação, quando existirem evidências baseadas no risco que demonstrem que o fornecedor é de baixo risco, pode ser usada como aprovação inicial um questionário. Este questionário deve incluir: uma análise de segurança do produto, as boas práticas agrícolas e uma revisão do plano HACCP que deve ser verificado por uma entidade competente.

Quando a aprovação tem por base questionários, os mesmos carecem de revisão e reedição pelo menos de três em três anos e os fornecedores devem sempre informar a empresa de qualquer alteração que seja relevante, incluindo alterações na sua certificação. Tal como os questionários, os

exercícios de rastreabilidade devem ser feitos na primeira aprovação do fornecedor e depois de três em três anos.

Todos os processos em desenvolvimento de aprovação de fornecedores devem ser devidamente arquivados, e todas as alterações registadas. Todos os fornecedores aprovados devem estar presentes numa lista em constante atualização, estando esta em formato digital ou em papel, que deve estar disponível e ser de fácil leitura para todos os funcionários relevantes.

No caso das matérias primas serem compradas a entidades que não os produtores, a empresa deve conseguir identificar o fornecedor, e seguir todos os passos referidos anteriormente quer para o fornecedor quer para a matéria prima.

2.1.3. Benefícios da certificação BRC

A certificação por este referencial confere à empresa diversos benefícios, como por exemplo [3]:

1. Ter um referencial reconhecido internacionalmente e referenciado pela GFSI.
2. Fornece relatórios e certificações que podem ser entregues aos clientes, substituindo a realização de auditorias, poupando tempo e reduzindo custos;
3. Fornece um protocolo standard e ímpar que gere uma auditoria acreditada por organismos de certificação de terceiros, permitindo uma avaliação da segurança alimentar e dos sistemas de qualidade credível e independente;
4. Permite que as empresas certificadas estejam presentes no diretório do BRC, atribuindo reconhecimento e permitindo o uso do seu logótipo para propósitos de marketing;
5. Abrange várias áreas, como a segurança do produto, qualidade, legalidade e integridade;
6. Contém parte das normas legislativas associadas ao produtor alimentar e os seus clientes;
7. Permite às empresas assegurar aos seus fornecedores que seguem boas práticas de segurança alimentar;
8. Fornece uma vasta opção do tipo de auditorias, incluindo programas de auditorias anunciadas e não anunciadas de forma a satisfazer os clientes. Permite às empresas demonstrar o seu comprometimento no processo que melhor as caracteriza em função dos seus procedimentos e da maturidade dos seus sistemas de segurança alimentar;
9. Requer a aplicação de ações corretivas perante as não conformidades encontradas e uma análise de causa raiz de forma a identificar controlos preventivos antes da certificação, reduzindo assim a necessidade de os clientes acompanharem os relatórios das auditorias.

Este referencial exige ainda a aplicação do sistema HACCP, sendo assim importante salientar as vantagens que deste advêm [7, 8]:

1. Otimização dos recursos técnicos e humanos;
2. Ações de autocontrolo mais eficientes, reduzindo a probabilidade de ocorrência de falhas/acidentes e de fraudes, diminuindo os custos e prejuízos;
3. Promoção de um clima de confiança perante as autoridades oficiais, agentes económicos e o consumidor;

4. É recomendado pela Organização Mundial de Saúde (OMS), pela Comissão Internacional de Especificações Microbiológicas dos Alimentos (ICMSF) e pela Organização das Nações Unidas para a Agricultura (FAO);
5. É um sistema que pode ser aplicado desde o consumidor primário ao final, abrangendo toda a cadeia alimentar;
6. É um sistema reconhecido internacionalmente.

2.2. Sistema HACCP

O sistema HACCP consiste na realização de uma análise de perigos e controlo de pontos críticos, tendo como base uma metodologia preventiva, de forma a evitar potenciais riscos que causem danos aos consumidores. Surgiu nos anos 60, pela companhia Pillsbury em conjunto com a NASA e o laboratório do exército dos EUA, para o projeto Apolo de forma a desenvolver técnicas seguras para a entrega de provisões alimentares aos astronautas. Pretendia-se a garantia de que os produtos enviados fossem 100% seguros, ou seja, que não tivessem contaminantes microbiológicos, físicos e/ou químicos que pudessem atentar contra a saúde do consumidor [9].

Em 1993 o Comité de Higiene dos Alimentos da Comissão do CODEX Alimentarius publicou um guia para a aplicação do sistema HACCP. Também em 1993, através da Diretiva 93/43/CEE o HACCP começou a fazer parte da regulamentação europeia.

Em 2006, o Regulamento (CE) nº852/2004, do Parlamento Europeu e do Conselho, de 29 de Abril de 2004, relativo à higiene dos géneros alimentícios, e que revoga a Diretiva 93/43/CEE, estipula no seu artigo 5º, que todos os operadores do sector alimentar devem criar, aplicar e manter um processo ou processos permanentes baseados nos princípios do HACCP [10].

O sistema HACCP tem por base 7 princípios [8]:

- **Princípio 1** – Identificar potenciais perigos e riscos associados a todas as fases do processo, desde as matérias-primas até ao consumidor final. Realizar uma análise de perigos determinando a probabilidade de ocorrerem, a severidade do perigo associado, e as medidas necessárias para que sejam prevenidos, eliminados ou reduzidos para níveis aceitáveis;
- **Princípio 2** – Identificar os pontos críticos de controlo (PCC's) de forma a controlar os perigos identificados, e minimizar a probabilidade da sua ocorrência, recorrendo a uma árvore de decisão.
- **Princípio 3** – Estabelecer limites críticos que devem ser respeitados para garantir que cada PCC está sob controlo;
- **Princípio 4** – Estabelecer um sistema de monitorização que assegure que os PCC's estão sob controlo;
- **Princípio 5** – Estabelecer ações corretivas a serem tomadas quando o sistema indicar que um PCC está fora de controlo;
- **Princípio 6** – Estabelecer procedimentos de verificação que confirmem o adequado funcionamento do HACCP;
- **Princípio 7** – Organizar a documentação respeitante a todos os procedimentos e registos relativos a estes princípios e à sua aplicação.



Figura 2.3 – Os sete princípios do sistema HACCP. Adaptado de [8].

A aplicação dos princípios HACCP consiste nas seguintes etapas:

- **1ª Etapa** – Formação da equipa de HACCP;
- **2ª Etapa** – Descrição do produto;
- **3ª Etapa** – Usos pretendidos do produto;
- **4ª Etapa** – Construção de um fluxograma de fabrico;
- **5ª Etapa** – Confirmação do fluxograma de fabrico, no local;
- **6ª Etapa (Princípio 1)** – Listagem dos perigos potenciais associados a cada passo, condução de uma análise dos perigos e consideração de medidas para controlar perigos identificados;
- **7ª Etapa (Princípio 2)** – Determinação dos pontos críticos de controlo;
- **8ª Etapa (Princípio 3)** – Estabelecimento dos limites críticos para os pontos críticos de controlo;
- **9ª Etapa (Princípio 4)** – Estabelecimento de um sistema de monitorização para cada PCC;
- **10ª Etapa (Princípio 5)** – Estabelecimento de medidas corretivas;
- **11ª Etapa (Princípio 6)** – Estabelecimento de procedimentos de verificação;
- **12ª Etapa (Princípio 7)** – Estabelecimento de documentação e recolha de dados.

Até chegarem ao consumidor os alimentos sofrem várias alterações ao longo do seu processo de fabrico, estas alterações podem ser benéficas, indiferentes ou prejudiciais. Quando estas alterações são prejudiciais constituem um perigo para a saúde humana.

Os perigos podem ser microbiológicos, físicos e químicos. Os perigos microbiológicos, incluem organismos como bactérias, príões, vírus e parasitas. Os perigos químicos são os produtos presentes nos alimentos (ex: toxinas naturais) e os produtos químicos adicionados durante o processo de fabrico (ex: metais pesados; conservantes; produtos de limpeza/desinfecção). Os perigos físicos são todos os

materiais físicos que por norma não se encontram no produto alimentar final (ex: paus, pedras, poeiras, vidro) [9].

A árvore de decisão é constituída por 4 questões sequenciais, consoante a resposta "sim" ou "não" as etapas da análise serão diferentes, podendo levar à conclusão de que estamos perante um PCC ou simplesmente à questão seguinte, e assim sucessivamente.

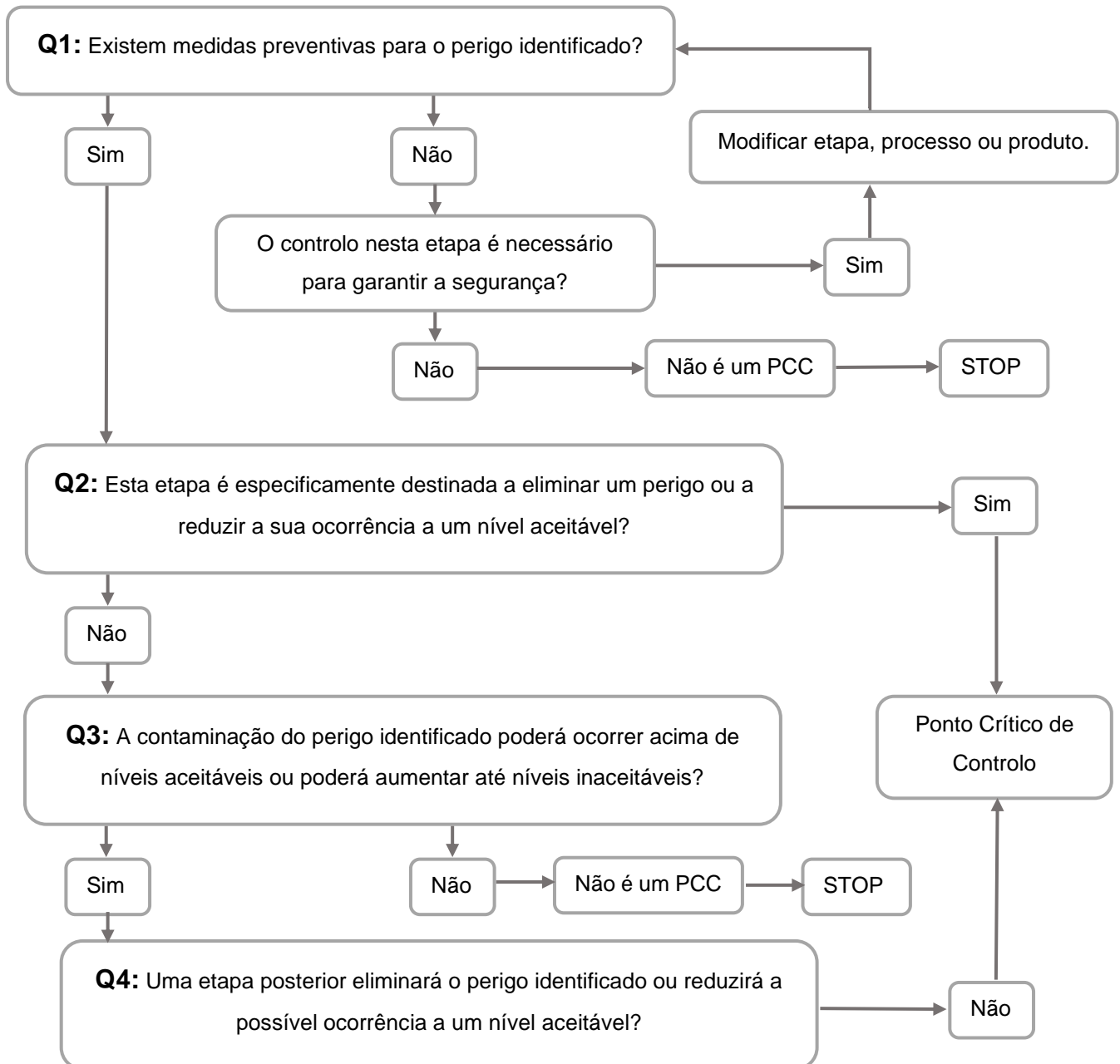


Figura 2.4 - Árvore de decisão HACCP- Codex Alimentarius [11].

2.3. Processamento dos vinhos

A vinificação é o processo tecnológico que consiste na transformação de uvas em vinho e que abrange as etapas desde a receção das uvas até ao produto final. Este processo não é linear, havendo diversas abordagens de acordo com o tipo de vinho a produzir. Na Figura 2.5 podemos observar as etapas necessários à produção de vinho tinto e branco.

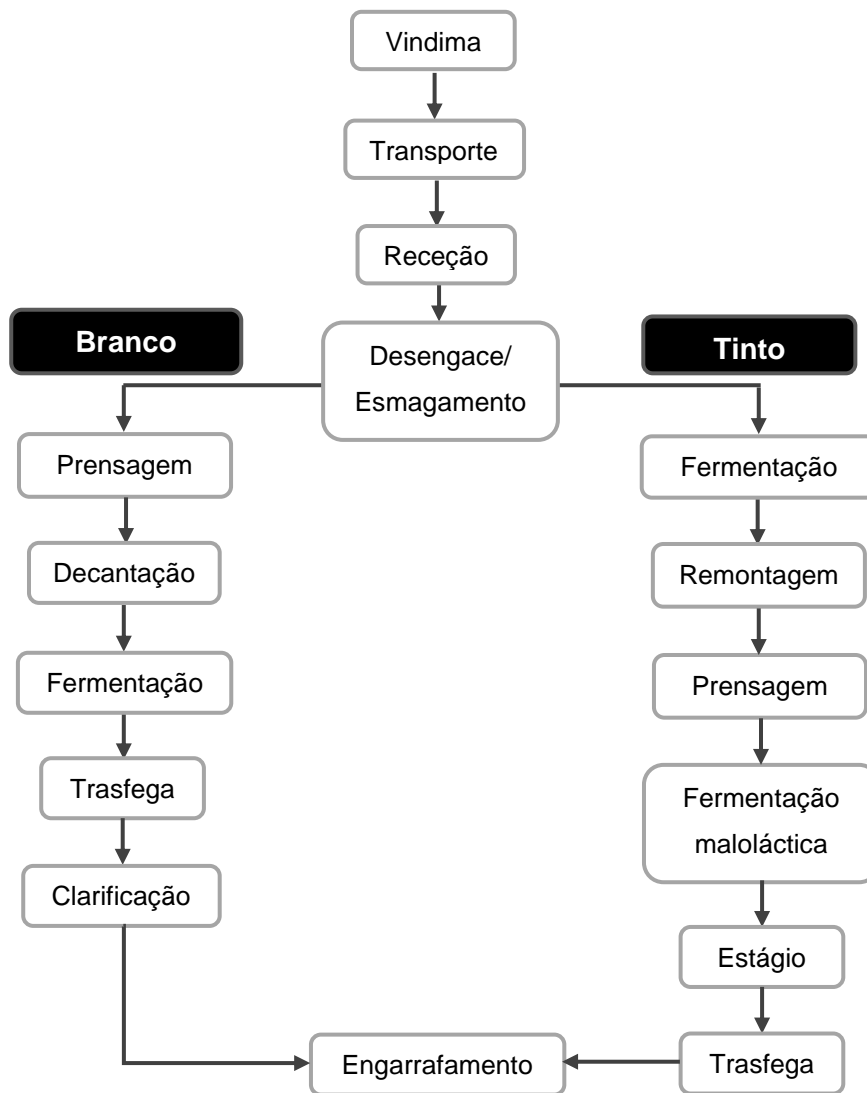
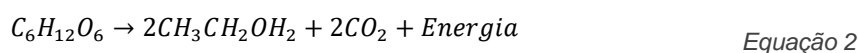
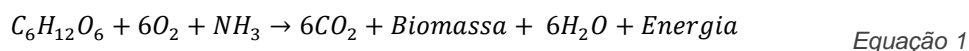


Figura 2.5 - Fluxograma das etapas de produção do vinho, branco, rosê e tinto. Adaptado de [67].

- **Vindima:** Pode ser feita manualmente ou de forma mecânica. Depende de vários fatores, como as condições climáticas, o grau de maturação da uva dependendo do tipo de vinho a que se destina e o estado sanitário. Para manter a integridade das uvas até à adega o transporte deve ser realizado de forma cuidadosa, prevenindo possíveis fenómenos de fermentação e maceração precoce.
- **Receção:** Ao chegarem ao local de processamento, as uvas passam por um controlo de qualidade de forma a retirar as que não estejam em condições de ser usadas para a elaboração do vinho e alguns componentes indesejados que possam ter sido arrastados da vindima. De seguida são pesadas e é retirada uma amostra para que possa ser analisado o seu grau brix, através de um refratómetro, permitindo uma estimativa do grau alcoólico provável, o seu pH e a sua acidez [12].
- **Desengace e esmagamento:** Depois de analisadas, as uvas são encaminhadas até recipientes, tegões, onde ocorre o rompimento da película para que o mosto, sumo da uva,

escorra livremente facilitando a fermentação. Nos vinhos brancos o mosto é imediatamente separado das películas da uva. Nesta fase, podem ser adicionados sulfitos de forma a reduzir as fermentações espontâneas e o crescimento de bactérias e leveduras. Se a temperatura da massa vínica (sumo, pola, grainhas e películas) for mais elevada do que o recomendado, devem atravessar um permutador de calor de forma a ser obtida a temperatura ideal à qual queremos que ocorra a fermentação.

- **Fermentação alcoólica:** Esta é a etapa onde o mosto é transferido para as cubas de fermentação, por norma constituídas por inox. É um processo bioquímico que permite a conversão de monómeros de açúcar (principalmente a glucose e frutose) em etanol, dióxido de carbono e energia, através da presença de leveduras [12]. As leveduras usadas são do género *Saccharomyces*, esta espécie possui dois tipos de metabolismo, anaeróbico e aeróbico, o que lhes permite crescer enquanto o mosto se encontra oxigenado devido aos passos precedentes (Equação 1). Quando se esgota o oxigénio, esta levedura opta pela via anaeróbica, começando a realização da fermentação (Equação 2).



Esta etapa dura cerca de 20 dias e devido à produção de dióxido de carbono os sólidos e as cascas das uvas ficam em suspensão na superfície da cuba. Este não é um aspeto positivo pois queremos extrair com maior eficiência a cor e os taninos das cascas, sendo necessário recorrer à etapa de remontagem onde o líquido é bombeado para a superfície de forma a submergi-las. Este processo facilita o crescimento das leveduras, visto que aumenta a dissolução de oxigénio permitindo o seu arejamento e homogeneização. A origem dos fatores que podem afetar de forma negativa a fermentação alcoólica pode ser:

- **Física:** mau arejamento durante a remontagem, quantidade disponível de ar/oxigénio insuficiente e temperaturas fora dos intervalos ideais;
- **Química:** limitação de substratos essenciais;
- **Microbiológica:** agentes microbianos que convertem o álcool em ácido acético, causando o aumento da acidez volátil do vinho. Se for necessário, estes podem ser inibidos pela adição de anidrido sulfuroso.

Para realizarem uma fermentação com maior rentabilidade devem ser usadas temperaturas entres os 13 e os 30°C. As temperaturas usadas dependem ainda do tipo de vinho que queremos produzir:

Tabela 2.5 – Intervalo de temperatura ideal de fermentação para o vinho tinto, branco.

| Tipo de vinho | Intervalo ideal temperatura |
|---------------|-----------------------------|
| Tinto | 25 – 28 °C |
| Branco | 18- 20 °C |

Como se pode observar as temperaturas ideais são mais elevadas para os vinhos tintos de forma a garantir que a extração de cor ao longo da maceração é facilitada.

- **Maceração:** Consiste em manter a película da uva em contacto com o mosto, para que absorva a tonalidade da mesma. Ocorre a extração de taninos e antocianos que melhoram a copigmentação e a estabilização dos vinhos. Esta maceração pode decorrer antes, durante e depois da fermentação, dependendo do tipo de vinhos que se pretende produzir [13].
- **Trasfega:** Consiste na transferência do vinho para outro recipiente, de forma a que pelo processo de decantação, ocorra a separação das duas fases existentes, líquida e sólida. Esta etapa pode ser realizada quantas vezes forem necessárias com o objetivo de clarificar o vinho e arejar o mosto, dependendo da decisão do enólogo.
- **Prensagem:** Tem como objetivo a recuperação da parte do vinho que se encontra misturado nas massas vínicas. Através deste processo é obtido cerca de 15% do vinho total [12].
- **Fermentação malolática:** Fermentação secundária do processo de produção dos vinhos. É catalisada por bactérias lácticas, onde o ácido málico é descarboxilado a ácido láctico com libertação de dióxido de carbono. Esta fermentação, suaviza o vinho uma vez que o ácido málico é muito mais ácido que o ácido láctico. Nos vinhos tintos esta fermentação é muito usada, pois ela aumenta a sua complexidade aromática que é um fator muito importante neste tipo de vinhos.

Existem vários fatores que afetam negativamente esta fermentação. O pH, onde o seu valor ideal é entre 3 e 4. A temperatura que se deve encontrar entre os 20 e os 25°C, podendo encontrar-se entre os 15 e os 18°C se o objetivo for uma fermentação mais lenta. O arejamento do oxigénio, pois as bactérias precisam do mesmo para se desenvolverem. O grau alcoólico, pois quanto maior for, maior dificuldade as bactérias têm em degradar o ácido málico. Presença de antissépticos, como o anidrido sulfuroso que inibe a sua função.

- **Clarificação:** Posteriormente à etapa de fermentação os vinhos possuem diversas impurezas provenientes do mosto, leveduras e proteínas. A clarificação remove-as, permitindo melhorias na cor, na limpidez e no sabor do vinho. Pode ocorrer naturalmente, sedimentando as partículas em suspensão por ação da gravidade, mas este método é muito lento obrigando os produtores a recorrerem à adição de agentes de colagem. Estes agentes vão formar precipitados ou flóculos aumentando densidade molecular, que posteriormente por ação da gravidade vão sedimentar arrastando as partículas com eles [13].

As colas são compostos carregados positivamente que interagem com as partículas, que geralmente têm carga negativa. Outro método de clarificação é a filtração. Esta consiste na passagem do líquido turvo uma série de vezes através de uma camada filtrante constituída por materiais porosos, de forma a reter a maior quantidade de impurezas [13]. A filtração é um processo mais rápido, mas por norma, são usados os dois processos, pois a colagem retira partículas mais finas, que caso contrário, iriam passar pelos filtros na filtração.

- **Estágio:** Muitos vinhos necessitam de sofrer algum envelhecimento, em barris ou garrafas de vinho. São usados barris de madeira selados, pois a madeira permite uma conservação natural

das características do vinho. Este processo deve ocorrer em condições de temperatura e humidade constantes. A duração dos estágios depende do vinho pretendido.

Nesta etapa a ocorrência de oxidação é indesejável, pois pode enfraquecer os aromas do vinho e escurecê-lo, para evitar que isso aconteça pode ser adicionado sulfuroso.

- **Engarrafamento:** Esta é a etapa final de produção do vinho onde as garrafas são enxaguadas para de seguida se proceder ao seu enchimento, seguindo-se a rolhagem, o encapsulamento, a rotulagem, o empacotamento e a paletização.

2.4. Conservação dos vinhos

De forma a tornar um produto alimentar mais seguro para o consumidor, é necessário garantir a inibição de microrganismos indesejáveis e a estabilidade do mesmo. No vinho existem diversos processos de conservação possíveis, mas a utilização do SO₂, apesar de não ser a mais indicada em termos de segurança alimentada para o consumidor, continua a ser a opção mais utilizada devido a todas as suas propriedades e baixos custos associados.

2.4.1. Conservação convencional - SO₂

Os sulfitos são um grupo importante de aditivos usados desde há muito como conservantes em sumos, vinhos, vegetais, frutas secas, camarões, entre muitos outros alimentos. Este grupo é principalmente representado pelo dióxido de enxofre, que apesar de o mesmo ser encontrado por defeito na uva, é adicionado durante a produção do vinho para assegurar a sua conservação.

O SO₂ está presente nos vinhos quer no estado livre quer no estado combinado, sendo o SO₂ total a soma destes dois estados. Na Figura 2.7 está representado um esquema da relação entre estes, onde também estão descritas as diversas formas em que o SO₂ se pode encontrar em cada um dos estados referidos.

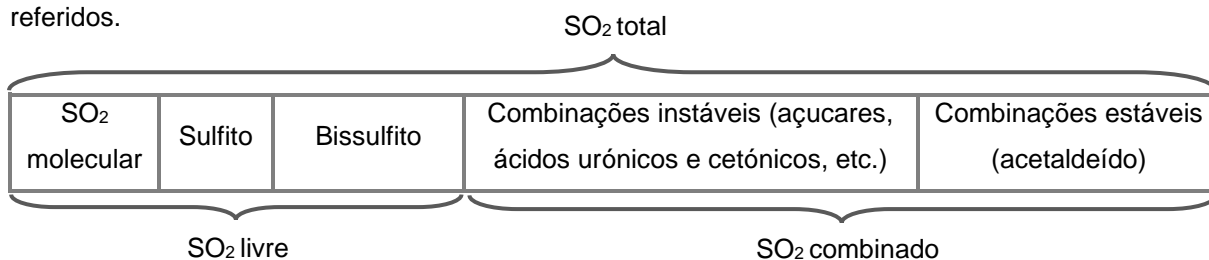


Figura 2.6 - Estados do SO₂ total e as suas formas.

Na sua forma livre possui propriedades antimicrobianas, antioxidantes e antioxidásicas. O SO₂ molecular é a forma mais ativa quanto às propriedades antimicrobianas e pode obter resultados até 500 vezes superiores em relação às restantes formas, este atua tanto em bactérias (antibacteriana), como em leveduras (antilevuriana) e fungos. Como antibacteriano impede a fermentação láctica dos açúcares, a fermentação malolática e o desenvolvimento das bactérias acéticas. A sua propriedade antioxidante deve-se à forma livre e resulta da facilidade com que ele próprio é oxidado, o que depende da presença de catalisadores, como os catiões metálicos ferro e cobre. Por último é também antioxidásico pois inibe as enzimas tirosinase e lacase que são responsáveis pelo escurecimento enzimático dos mostos e pela casse oxidásica dos vinhos.

Quanto ao SO₂ combinado, este não apresenta propriedades antilevurianas e fungicidas, mas apresenta uma baixa ação antibacteriana. Permite também através da combinação com o etanal e compostos semelhantes, neutralizar os aromas da oxidação e assegurar uma larga gama de microrganismos. É também um dissolvente com capacidade de aumentar o teor de matéria corante e fenólica dissolvida no vinho a partir da película da uva e também um melhorador gustativo, pois ao reagir com o acetaldeído e o etanal bloqueia-o neutralizando os aromas da oxidação, evitando assim a revelação do aroma indesejado. Na figura seguinte podemos observar um esquema que resume as principais características de cada estado do SO₂.

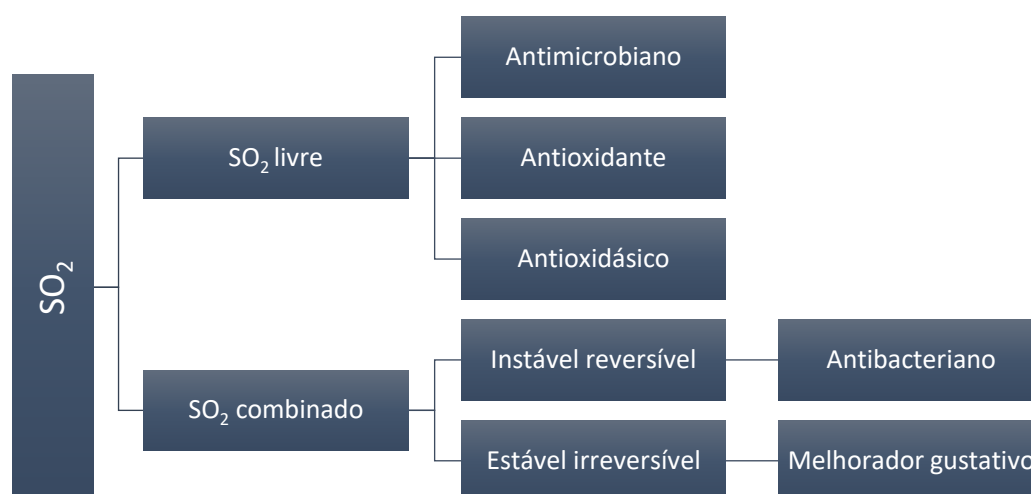
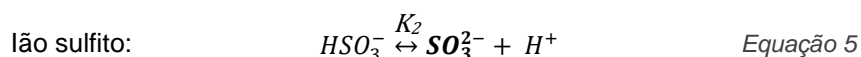
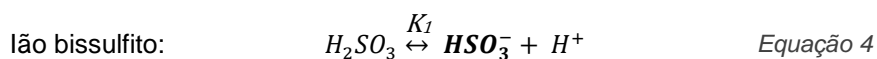
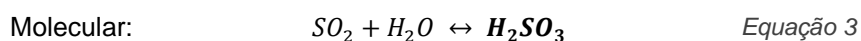


Figura 2.7 – Propriedades do SO₂ na sua forma livre e combinada.

O dióxido de enxofre quando misturado com água comporta-se como um ácido fraco e pode ser encontrado em 2 formas, livre ou combinada. Na sua forma livre assume 3 formas diferentes, molecular, ião bissulfito e ião sulfito. A forma molecular é obtida pela combinação direta do mesmo com água (Equação 3). Através da dissociação da sua forma molecular, o ácido sulfúrico, obtém-se o ião bissulfito (Equação 4) que volta a dissociar-se originando o ião sulfito (Equação 5) [14, 15].



A quantidade de cada uma destas formas pode ser determinada através das constantes termodinâmicas, K₁ e K₂, que são fortemente dependentes, da temperatura, do teor alcoólico e do pH do meio [16].

$$\log \frac{(HSO_3^-)}{(H_2SO_3)} = pH - pK_1 \quad \text{Equação 6}$$

$$\log \frac{(SO_3^{2-})}{(HSO_3^-)} = pH - pK_2 \quad \text{Equação 7}$$

O pH dos vinhos por norma varia entre 3 e 4, assim por observação da Figura 2.8 podemos verificar que a espécie predominante nos vinhos é o bissulfito [17].

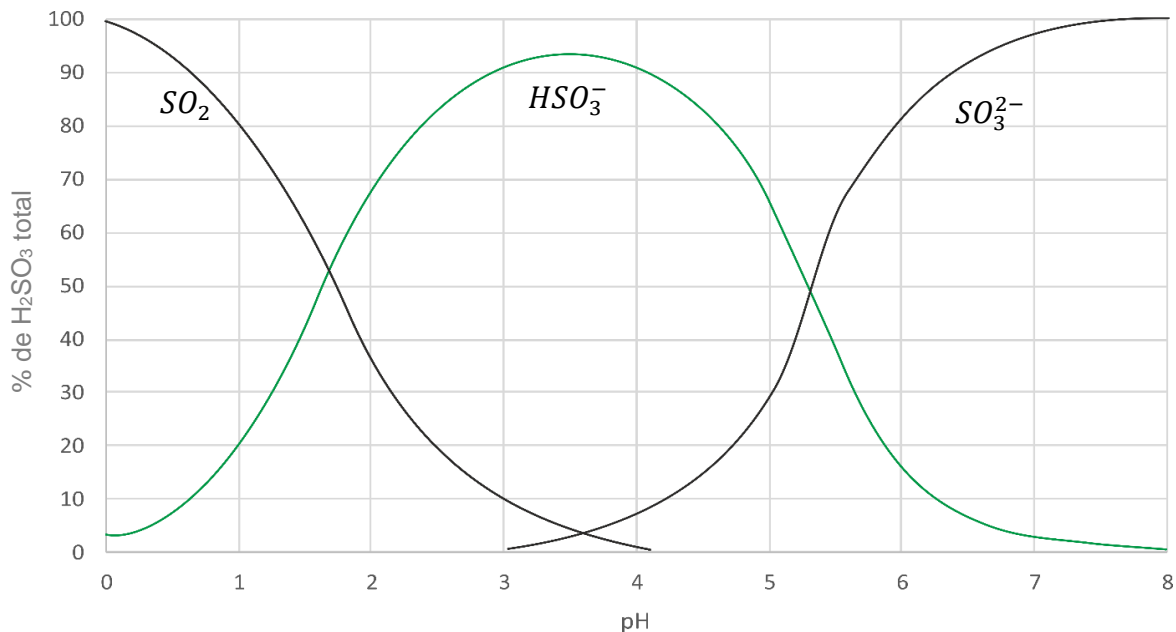


Figura 2.8 - Distribuição das diferentes espécies de SO₂ livre em função do pH [18].

Quando o SO₂ é adicionado ao vinho ele combina-se com muitos dos seus componentes, designando-se de SO₂ combinado, nesta forma já não apresenta as propriedades redutoras e antissépticas que justificam o seu uso. As reações de combinação dependem quer do pH quer da temperatura. Algumas são irreversíveis dando origem a produtos combinados estáveis através de combinações com compostos carbonilados, destacando-se o etanal, enquanto que as outras formam produtos de combinação mais instáveis que funcionam como uma reserva de SO₂ livre [14].

A OIV descreve vários métodos utilizados na análise do teor de SO₂ nos vinhos, onde se destacam três métodos mais usados: o método de Franz-Paul, o método de Ripper e o método de Beech e Tomas. Apesar de menos preciso, o método de Ripper é o método mais utilizado por ser o mais simples e rápido. Neste método o teor de SO₂ livre é determinado recorrendo a uma titulação endométrica direta em meio ácido, utilizando uma solução de amido como indicador. O SO₂ combinado é determinado recorrendo a uma titulação iodométrica em meio ácido após uma hidrólise alcalina e oxidação do SO₂ livre na primeira etapa. Seguidamente encontra-se o procedimento correspondente a este método para a determinação do SO₂ total e livre [19]. Os reagentes utilizados são: cozimento de amido 5 g/L, solução de ácido sulfúrico 10% (v/v), solução de hidróxido de sódio (160g/l), solução de iodo 0,025M e EDTA – Ácido etilenodiamino tetra-acético.

Dióxido de enxofre livre

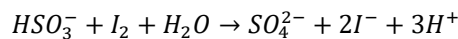
Num erlenmeyer de 500 ml, introduz-se:

- 50 ml de vinho;
- 3 ml de ácido sulfúrico;
- 5 ml de cozimento de amido;
- 30 mg de EDTA.

Titula-se com uma solução de iodo 0,025 M até que a coloração azul persista nitidamente durante 10 a 15 segundos. Seja V_1 o volume (ml) de solução utilizado. O teor de SO_2 livre é calculado pela seguinte expressão:

$$SO_2 \text{ livre} = 32 \times V_1 \text{ (mg/l)} \quad \text{Equação 8}$$

A reação associada à titulação com solução de iodo é a seguinte:



Dióxido de enxofre combinado e total

Adicionar ao erlenmeyer 8 ml da solução de hidróxido de sódio 4M, agitar uma vez e deixar em repouso durante 5 minutos. Adicionar vigorosamente e de uma só vez 10 ml de ácido sulfúrico e agitar, de seguida titular com a solução de iodo 0,025 M. Sendo V_2 , o volume (ml) de solução utilizado na titulação. Adicionar 20 ml da solução de hidróxido de sódio, agitar uma vez e deixar em repouso durante 5 minutos. Adicionar 200 ml de água destilada fria. Adicionar vigorosamente e de uma só vez 30 ml de ácido sulfúrico. Titular com uma solução de iodo 0,025 M. Sendo V_3 , o volume (ml) de solução utilizado na titulação.

O teor de SO_2 combinado e total é determinado recorrendo às seguintes expressões:

$$SO_2 \text{ combinado} = 32 \times (V_2 + V_3) \text{ (mg/l)} \quad \text{Equação 9}$$

$$SO_2 \text{ total} = 32 \times (V_1 + V_2 + V_3) \text{ (mg/l)} \quad \text{Equação 10}$$

A ingestão em excesso de SO_2 pode causar problemas de saúde, como dores de cabeça, náuseas, alergias, dificuldades respiratórias em pacientes com asma e diarreia. Assim sendo, é obrigatório por lei estar presente nos rótulos das embalagens a expressão “Contém Sulfitos”, sempre que a concentração presente no vinho seja superior a 10mg/L. A sua concentração deve-se encontrar sempre abaixo dos limites máximos legais apresentados na Tabela 2.6. Durante a sua 51ª reunião em 1998 a FAO e a OMS definiram a dose diária aceitável de dióxido de enxofre de 0,7 mg por cada kg de peso.

Tabela 2.6 - Limites máximo legal de emprego de SO₂ total, em vinhos [20].

| | Produto | Limite | Base jurídica |
|--|--------------------------|---------------|--|
| Vinhos com < 5 g/l de teor em açúcares (expresso em glucose + frutose) | Vinhos tintos | ≤ 150 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B – A. 1.a) |
| | Vinhos brancos e rosados | ≤ 200 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B – A. 1.b) |
| | Vinhos licorosos | ≤ 150 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B - B |
| Vinhos com ≥ 5 g/l de teor em açúcares (expresso em glucose + frutose) | Vinhos tintos | ≤ 200 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B – A. 2.a) |
| | Vinhos brancos e rosados | ≤ 250 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B – A. 2.b) |
| | Vinhos licorosos | ≤ 200 mg/l | Reg. (CE) nº 606/2009, Anexo I B – B |

Apesar de todas as vantagens referidas anteriormente, o SO₂ pode ser um precursor de aromas sulfurosos negativos, do tipo H₂S, produzidos durante as fermentações e ser oxidado em sulfato escondendo os aromas positivos do vinho. Quando combinado com as antocianinas, pigmentos dos vinhos tintos e rosés, pode provocar também a descloração parcial do vinho.

Devido a todos estes inconvenientes, a procura de métodos alternativos, químicos e físicos, para a conservação dos vinhos tem aumentado. Com o intuito de substituir, ou pelo menos reduzir a quantidade de SO₂ usada na conservação dos vinhos.

Alguns dos métodos químicos e físicos alternativos utilizados ou ainda em estudo para conservação dos vinhos, presentes na Figura 2.9 e 2.10, encontram-se descritos nos seguintes subcapítulos. Alguns destes novos métodos encontram-se atualmente em estudo e apesarem de apresentarem bons resultados à escala laboratorial, poderão não ser viáveis industrialmente, necessitando um estudo mais aprofundado.

2.4.2. Métodos químicos alternativos

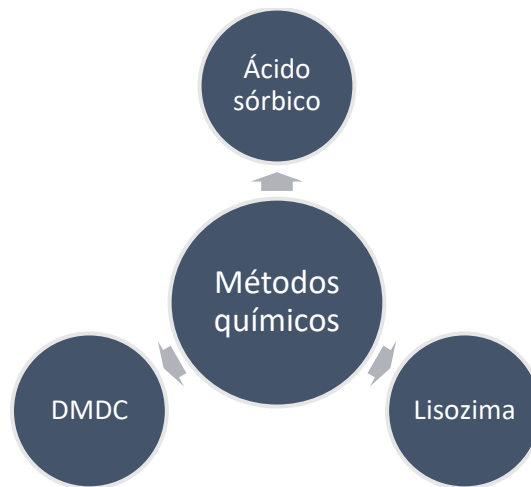


Figura 2.9 – Principais métodos químicos alternativos à utilização SO₂ na conservação do vinho.

- **Dimetil dicarbonato (DMDC)** - é usado na estabilização microbiológica do vinho com um teor de açúcar superior a 5g/L e apenas por um curto espaço de tempo, inibindo os microrganismos irreversivelmente ao reagir com os grupos amina ativos nas enzimas celulares. A sua eficiência depende de vários fatores como por exemplo: a composição do vinho, a concentração microbiológica inicial, a temperatura e a homogeneização do vinho. É menos eficaz em bactérias do que em leveduras, e é mais eficaz do que o SO₂ contra as leveduras [17, 21]. A dose permitida de aplicação legalmente é de 200 mg/L (sem resíduos no vinho quando posto no mercado). A ação do DMDC é temporária não sendo recomendado o uso em vinhos envelhecidos, para além disso, usando a dosagem máxima legal não é possível proteger o vinho de oxidações sendo necessário um uso combinado com o SO₂ [17].
- **Lisozima** – é uma proteína derivada do ovo usada na estabilização microbiológica devido à sua capacidade de destruir as paredes celulares das bactérias, como as Gram-positivas. O seu efeito nas bactérias Gram-negativas é reduzido devido às diferenças a nível das paredes celulares. A dose legal permitida é 500 mg/L tanto no mosto como no vinho. Pode ser usada para prevenir o aumento da acidez volátil e atrasar ou inibir a fermentação malolática [21]. Quando adicionado após a fermentação malolática para além de promover a estabilização microbiológica, limita a produção de ácido acético. Este método tem ainda outra vantagem pois a sua eficácia aumenta com o aumento do pH, ao contrário do SO₂, sendo assim um método indicado para mostos e vinhos de pH alto. No entanto a lisozima tem algumas desvantagens: é um alergénio, tem de ser registada nos rótulos sempre que a concentração no produto final for superior a 0,25 mg/L, pode diminuir a intensidade da cor dos vinhos ou formar precipitados e ainda devido aos seus custos elevados [17].
- **Ácido sórbico** – é um antifúngico que na sua forma não dissociada altera as funções da membrana das células. Não é um bom inibidor das LAB e AAB e de algumas outras leveduras.

A sua dose máxima legal permitida é de 200 mg/L devido aos seus possíveis efeitos negativos para a saúde humana. É principalmente usado em vinhos doces quando engarrafados de forma a prevenir uma segunda fermentação pela *Saccharomyces cerevisiae*. Não é inibidor eficiente contra a deterioração por parte das bactérias Gram-positivas, Gram-negativas e leveduras. A sua maior desvantagem é a sua interação com as bactérias Gram-positivas, que pode causar um odor intenso. Deve sempre ser usado em combinação com uma dose suficiente de SO₂ de forma evitar a atividade bacteriana e as reações de oxidação [17].

Uma combinação dos métodos que utilizam lisozima e DMDC com o método do SO₂ terá diversas vantagens na formação de compostos voláteis, podendo até melhorar as qualidades sensoriais do vinho e torná-lo mais apelativo ao olhar do consumidor que procura um vinho com menos teor de SO₂.

2.4.3. Métodos físicos alternativos



Figura 2.10 - Métodos físicos alternativos à utilização do SO₂ na produção de vinho.

- **Alta pressão** – aplica pressões entre os 100 e os 1000 MPa, instantânea e uniformemente, usando um líquido à temperatura ambiente. A pressão transmitida altera o volume, afetando a formação das proteínas e das estruturas celulares, levando à alteração das suas funções e consequentemente à lise celular. O vinho tem de ser tratado em embalagens flexíveis e pode acelerar o envelhecimento durante o armazenamento.
- **Radiação ultravioleta** – utiliza radiações entre 100 e 400 nm, sendo que a UV-C (200- 280 nm) é a radiação mais eficaz contra os microrganismos. O potencial antimicrobiano desta tecnologia é obtido por dois mecanismos, um foto térmico e um fotoquímico. No mecanismo foto térmico é provocada a desativação dos microrganismos através de um aumento súbito da temperatura e no mecanismo fotoquímico a desativação é feita atuando diretamente a nível do DNA, quer das bactérias quer das leveduras evitando a sua reprodução. Os microrganismos mais sensíveis a este tipo de radiação são as bactérias [17].

Os resultados obtidos nas várias investigações realizadas nos últimos anos, têm comprovado a eficácia deste método no controlo da atividade microbiana e verificado que não afeta as características sensoriais do sabor do vinho, podendo ainda contribuir para melhorar a estabilização da cor [22–24].

Este método apresenta uma desvantagem devido à sua baixa capacidade de penetração, devendo-se adotar algumas medidas de forma a aumentar a sua eficácia a grande escala, como optar um maior tempo de residência, um menor caudal, ou até uma segunda passagem pela radiação. Por este motivo observa-se ser mais eficaz em vinhos límpidos, visto que a turvação dos mesmos diminui o seu alcance.

- **Campos elétricos pulsados** – Campos elétricos entre 5-50 kV/cm, sequência de pulsos de curta duração no líquido entre dois elétrodos. Afeta a membrana celular, afetando a funcionalidade dos microrganismos e até causando a sua lise. Permite a estabilização microbiológica antes do engarrafamento e a inibição da segunda fermentação nos vinhos doces. Não é válido na produção atual de vinho, pois ainda não se sabe os efeitos que pode ter a nível de compostos voláteis nem quais as alterações que pode causar nas características sensoriais do vinho.

Este método apresenta algumas vantagens como o curto tempo de tratamento, o baixo consumo de energia, a possibilidade de um processo contínuo e ainda o baixo custo quando comparado com os outros métodos existentes. Para além disso não foram verificadas alterações na composição fenólica dos vinhos nem na sua cor [21].

2.5. Contaminantes do vinho

Existem diversas fontes de contaminação durante todo o processo de vinificação. O aparecimento de elementos contaminantes (metais pesados, pesticidas e fungicidas, alergénios, ocratoxina A e melanina) no vinho pode causar diversas alterações na sua qualidade quando em concentrações acima das permitidas, tendo assim uma grande importância no âmbito tecnológico, de segurança alimentar e legal. Aspectos como a origem, o nível de ocorrência, a evolução ao longo dos processos tecnológicos, as fontes de contaminação, a estabilidade físico-química, a toxicidade e métodos de análise variam de elemento para elemento [25].

2.5.1. Metais pesados

Os metais pesados têm uma grande influência na qualidade final do vinho, pois participam tanto na formação como no envelhecimento do mesmo. Apesar de terem a capacidade de promover o aparecimento de leveduras no mosto e desenvolver processos redox durante a maturação do vinho, quando em excesso podem ter um efeito negativo nas características organolépticas do vinho [26].

A designação de metais pesados nas diversas áreas é a de serem metais ou não metais que apresentam uma densidade relativamente alta (mais de 5g/cm³), com um grande potencial tóxico se as suas concentrações ultrapassarem os limites admissíveis [27]. O consumo moderado de vinho pode contribuir diariamente à ingestão de muitos metais, incluindo o crómio, cobre, ferro, zinco que em baixas concentrações são essenciais para o Homem. Por outro lado, elementos como o arsénio, o cádmio e o

chumbo não têm qualquer valor nutricional e são potencialmente tóxicos, sendo indesejável a sua presença na nossa alimentação [25, 26].

Podem existir no vinho em várias formas: iões livres, complexos com ácidos orgânicos ou espécies com grandes moléculas de polissacáridos pécticos, péptidos, proteínas e polifenóis [28].

Na Tabela 2.7 podemos observar possíveis origens de contaminação por metais pesados, tanto de origem ambiental como antropogénica.

Tabela 2.7 – Fatores ambientais e antropogénicos de contaminação por metais pesados [27, 28].

| Fatores ambientais | | Fatores antropogénicos | |
|-------------------------|-------------------|--|--------------------------------|
| Geográficos | Região | Poluição das vinhas | Contaminação do solo |
| | Orografia | | Qualidade da água de irrigação |
| | Recursos hídricos | Práticas agrícolas | Conservantes e sementes |
| Tipo de solo | - | | Sprays químicos |
| Clima | Temperatura | | Fertilizantes |
| | Precipitação | Clarificantes | |
| | Humidade | Exploração mineira | - |
| | Vento | Efluentes industriais | - |
| Variedade da uva | - | Resíduos urbanos e gestão de lixo | - |

Durante o processo de fabrico do vinho, a contaminação por metais pesados pode também ser causada pelo contacto do mesmo com alumínio, latão, aço inoxidável e até mesmo madeira quando usados por exemplo em máquinas, tubos ou barris. O uso de bentonite e outros agentes clarificantes, auxiliares na clarificação e estabilização proteica, são referidos por vários autores como uma das fontes de contaminação mineral [25, 26, 28].

A videira é capaz de absorver quantidades consideráveis de elementos tóxicos sem que seja observada qualquer manifestação, uma vez que os metais são complexados e integrados em moléculas biológicas num mecanismo de defesa. A quantidade de metais absorvidos depende tanto do solo como da capacidade de absorção das videiras [25].

Durante a fermentação alcoólica e malolática, ocorre uma diminuição do teor destes metais que pode ser justificada pela precipitação sob a forma de sais orgânicos e/ou sulfuretos, por absorção e adsorção por leveduras e bactérias [25].

Os métodos oficiais recomendados pela OIV para determinação da concentração dos metais são baseados na espectroscopia de absorção atómica, devido à sua seletividade, alta sensibilidade, e capacidade de medições diretas. Na deteção de metais como o chumbo, o cádmio e o arsénio é recomendada pela OIV a utilização de uma espectrometria de absorção atómica por chama ou por camara de grafite [26]. De seguida serão analisados em profundidade o cádmio e o chumbo, visto serem os metais pesados que no Reg. (CE) nº 1881/2006 apresentam teores máximos para os vinhos.

▪ **Cádmio**

O cádmio é facilmente absorvido do solo e acumulado pelas plantas, sendo os frutos provenientes das mesmas uma das principais fontes de ingestão deste metal na nossa alimentação. É um elemento mineral extremamente tóxico, bio acumulativo e cancerígeno. Efeitos secundários incluem disfunção renal, hipertensão, lesão hepática, desmineralização óssea e danos pulmonares [25, 26]. As videiras situam-se entre as plantas mais sensíveis a este metal, manifestando os seus efeitos tóxicos quando cultivadas em solos ácidos. O cádmio inibe o crescimento dos brotos das videiras, diminui a área foliar, provoca clorose e necrose, reduz os níveis de clorofila e inibe o transporte de ferro causando a sua deficiência [29]. Os níveis de cádmio presentes no vinho são também influenciados pelo tipo de uva, pelas condições ambientais e pelos métodos de produção do vinho [28].

Os valores do teor de cádmio diminuem durante a fermentação, devido à sua precipitação na forma de sulfeto de cádmio, sendo este produzido pelas leveduras durante a fermentação. Outro fator que contribui para a diminuição do teor de cádmio é a refrigeração dos vinhos, pois com a diminuição da temperatura também solubilidade da maioria dos sais diminui [29].

Devido à elevada toxicidade do cádmio e a todas as suas consequências associadas, o seu limite máximo permitido nos vinhos tem vindo a reduzir, sendo atualmente de 0,1 mg/L [30].

▪ **Chumbo**

Devido a todos os riscos associados à presença de chumbo em produtos alimentares, todos os fatores que podem aumentar a contaminação por chumbo no processo de fabrico de vinho têm vindo a ser cada vez mais estudados. Um dos fatores que contribui para a contaminação por chumbo é o uso de componentes de latão ou de matéria plástica no processo de vinificação, como bombas, válvulas, reservatórios de betão, revestimentos cerâmicos, torneiras e tubos.

Como foi referido anteriormente o uso de bentonite durante a etapa de clarificação provoca um aumento do teor de metais pesados no vinho, sendo que no chumbo este aumento pode chegar até 30µg/L.

A ingestão de chumbo em excesso pode afetar ambos os sistemas nervosos (central e periférico), comprometer a síntese de hemoglobina e causar efeitos negativos ao nível do sistema sanguíneo. Mesmo em baixas concentrações pode provocar hipertensão, doenças cardiovasculares, disfunção renal, desmineralização óssea e osteoporose [26, 31].

De forma semelhante ao cádmio durante a fermentação verifica-se uma diminuição do teor de chumbo, visto que uma parte do chumbo precipita sob a forma de sulfuretos e pode ser encontrada nas borras, e a outra parte é adsorvida pelas leveduras [31].

Quando se verificam elevados teores de chumbo durante o processo de vinificação pode-se recorrer a alguns métodos de forma a estes diminuírem. Dos métodos conhecidos, os mais eficazes e usados atualmente são a filtração com carbono ativo, o uso de produtos enológicos (como o ácido pécico) ou de resinas de troca iónica, sendo que as resinas possuem uma maior eficácia quando usadas nos vinhos brancos.

Tal como para o cádmio cada vez mais o limite máximo permitido de chumbo nos vinhos tem vindo a reduzir, sendo atualmente o seu teor máximo permitido é de 0,15 mg/L [30].

2.5.2. Pesticidas

Um pesticida é um agente químico, físico ou biológico que mata organismos que são classificados como pragas, tais como insetos roedores ou fungos. Para garantir uma produção com qualidade é necessário evitar o aparecimento de doenças fúngicas, recorrendo a pesticidas e fungicidas. O seu uso contribui para o aumento da produção agrícola, mas pode acarretar com ele custos elevados para a saúde humana. Para além do possível risco de exposição do consumidor aquando da utilização de pesticidas e fungicidas, estes têm ainda outras contrapartidas pois elevam os custos de produção e podem ser uma das fontes de contaminação de metais pesados [32].

Devido aos seus efeitos negativos cada vez mais a sociedade tem demonstrado várias preocupações associadas ao seu uso, surgindo assim algumas políticas que exigem a implementação de práticas agrícolas sustentáveis, como a produção integrada e o cumprimento de algumas regras associadas ao seu uso. A produção integrada é um sistema agrícola de produção de produtos agrícolas de qualidade, baseado nas boas práticas agrícolas, com gestão racional dos recursos naturais e privilegiando a utilização dos mecanismos de regulação natural em substituição de fatores de produção, contribuindo, deste modo, para uma agricultura sustentável, descrita no Decreto-Lei nº 256/2009, de 24 Setembro [33].

2.5.3. Alergénios

Os alergénios são substâncias biológicas ou químicas, sólidas, em pó ou líquidas, capazes de provocar reações alérgicas. A maioria são proteínas, mas apenas uma percentagem reduzida de proteínas são alergénios. Podem causar sintomas como a anafilaxia, formigueiro e inchaço oral, dermatite atópica, erupção cutânea, urticária, cólicas abdominais, diarreia, vômitos, asma, edema na laringe e rinite, ainda que os sintomas gastrointestinais sejam os mais comuns [34].

A alergia alimentar é uma resposta anormal a um alimento causada pela produção de imunoglobulina E (IgE). Nas crianças estas reações por norma são causadas pelo consumo de ovos, leite de vaca, amendoins, soja e trigo. Nos adultos podemos acrescentar também o peixe e o marisco [35].

Os principais alergénios associados ao vinho são a caseína, a albumina, a lisozima e o dióxido de enxofre. A caseína e a albumina são agentes de colagem e têm ótimas propriedades enológicas, mas os seus resíduos apresentam um risco para os consumidores que sofrem de alergias alimentares podendo levar a perigosas consequências clínicas [12, 36]. É necessário ter em atenção que o uso destes agentes de colagem pode ter um efeito negativo a nível da qualidade dos vinhos, podendo reduzir o seu conteúdo fenólico e enfraquecer a sua cor. A lisozima e o dióxido de enxofre são usados na conservação dos vinhos devido às suas propriedades antibacterianas e antioxidantes.

Qualquer substância usada na produção de alimentos, incluindo aditivos, que possa ser classificada como alergénio e que esteja presente no produto final, ainda que numa forma alterada, deve estar devidamente identificada no rótulo do produto [37]. Tal como está descrito no regulamento nº 1169/2011, e no artigo 51º do Regulamento (CE) nº 607/2009, da comissão de 14 de julho, os vinhos colocados no mercado, a partir do dia 1 de julho de 2012, devem indicar na sua rotulagem a presença de alergénios. Os alergénios que estão em causa são os sulfitos, o ovo e produtos de ovos, o leite e produtos lácteos.

▪ **Caseína**

A caseína é uma heteroproteína que contém fósforo na sua constituição, é obtida coagulando leite desnatado. É muito eficaz como agente de colagem nos vinhos brancos tendo um efeito refrescante na sua cor e sabor [12]. A caseína é um pó branco amarelado, inodoro e insolúvel em água pura e diversos solventes orgânicos. A quantidade de caseína aplicada difere de vinho para vinho, sendo que do ponto de vista do enólogo é importante que pouca ou nenhuma proteína permaneça no vinho depois da clarificação. Excesso de caseína para além dos seus efeitos alergénicos pode ainda transmitir o odor láctico para os vinhos [36, 38].

Com este agente de colagem a floculação ocorre apenas em meio ácido e a presença de taninos é necessária para que ocorra a clarificação e a precipitação. A única desvantagem é o facto da sua floculação ocorrer num curto espaço de tempo, dificultando a sua utilização [12].

A caseína pode ser usada com valores entre 100 e 500 mg L⁻¹ para os vinhos brancos e nos vinhos tintos entre 50 e 250 mg L⁻¹, valores definidos pela OIV em 2003 [39, 40].

▪ **Albumina**

As três principais fontes de albumina, são o plasma do sangue (soroalbumina), o leite (lactoalbumina) e a clara do ovo (ovoalbumina). A albumina de ovo é obtida através da dessecação das claras frescas que são constituídas por 12,5% de substância proteica, sendo a ovalbumina o principal componente [12]. Pode ser encontrada em pó ou spray ou usada na forma de ovos frescos ou esterilizados [41].

É um dos agentes clarificantes mais usado nos vinhos tintos, na qual a sua natureza coloidal e a sua superfície carregada positivamente atrai os taninos carregados negativamente, que podem causar adstringência permitindo assim suavizar o perfil fenólico de vinhos muito estruturados [36]. Tem ainda a capacidade de melhorar o paladar e acidez dos vinhos.

As especificações definidas no ano de 2000 pela OIV para os diversos tipos de albumina encontram-se na tabela seguinte:

Tabela 2.8 - Valores de especificação para a utilização de albumina [39, 40].

| Tipo de albumina | Valores aplicados |
|------------------------------------|---|
| Pó | 50 e 150 mg L ⁻¹ / 30 e 150 mg L ⁻¹ |
| Clara frescas | 50 e 240 mg L ⁻¹ |
| Clara desidratada/congelada | 100 e 200 mg L ⁻¹ |

▪ **Lisozima**

A lisozima, ou N-acetilhexosaminodase, é uma proteína enzimática que consiste numa única cadeia polipeptídica com 129 aminoácidos [42]. Devido ao seu efeito antibacteriano, é usada na produção de queijo, camarão, carne, cerveja e vinho.

Está presente em várias secreções mamíferas, como o leite, a saliva e as lágrimas, mas pode também ser encontrada em plantas e bactérias, industrialmente é extraída da clara do ovo. A lisozima hidrolisa as paredes das células gram positivas, o que aumenta a sua permeabilidade levando à sua rutura. [42,

43]. Segundo as recomendações da OIV, a lisozima pode ser adicionada na etapa de esmagamento da uva e depois da fermentação alcoólica, de forma a controlar a fermentação malolática e ajudar na estabilização microbiológica dos vinhos. É de salientar que a concentração de lisozima sofre uma diminuição significativa com o uso da betonite e a filtração [44].

Quando comparada ao SO₂ a lisozima é mais eficaz quando o pH é elevado, mas não possui poder oxidante, ao contrário do SO₂. A preocupação associada ao uso do SO₂ nos vinhos devido às suas possíveis consequências para o consumidor e a procura por vinhos mais naturais têm vindo a crescer exponencialmente nos últimos anos, a lisozima não permite a substituição total do SO₂, mas em conjunto com o SO₂ pode permitir uma redução parcial [44].

Apesar de todos os pontos positivos associados ao uso desta proteína, vários estudos confirmaram que a sua presença nos alimentos pode levar a reações alérgicas, assim sendo o uso da lisozima deve ser sempre declarado no rótulo do produto. O seu limite no produto final é de 500 mg/L, como se pode confirmar no Reg. (CE) nº 606/2009 Anexo I A – 18 [20].

2.5.4. Ocratoxina A

A presença de ocratoxina A (OTA) nos vinhos é causada principalmente pela contaminação das vinhas e consecutivamente das uvas por fungos, muito antes do início do fabrico do vinho. É uma das micotoxinas mais importantes entre as quase 400 conhecidas, e é produzida por alguns fungos pertencentes aos géneros *Aspergillus* e *Penicillium* [45].

Existem vários tipos de alimentos que apresentam traços de OTA, sendo o vinho o segundo mais afetado. Esta micotoxina é um risco para a nossa saúde uma vez que possui efeitos nefrotóxicos, cancerígenas, genotóxicos, imunotóxicos, teratogénicos e hepatotóxicos [45–47]. Posto isto, a União Europeia no Reg. (CE) nº 1881/2006, Secção 2.2 do Anexo definiu que para os vinhos tintos, brancos, rosés e outros vinhos e/ou bebidas à base de mosto de uvas o limite máximo seria de 2 µg/kg [20, 48]. A sua concentração no vinho é influenciada por diversos fatores como a qualidade das uvas, a localização da vinha, o estado das uvas, a temperatura, a humidade relativa, a precipitação, o microclima, o período de colheita, a aplicação de pesticidas e ainda as boas práticas de cultivo na vinha [45, 47, 49].

Os níveis de OTA são por norma mais elevados nos vinhos tintos, quando em comparação com os vinhos rosés e brancos. Estas diferenças devem-se principalmente a uma das etapas do processo de vinificação, a maceração, que no vinho tinto é responsável por um aumento de cerca de 20% do seu teor, indicando que a principal fonte de OTA provém dos tecidos das uvas [47, 50]. No processo de fabrico dos vinhos brancos, a película da uva é removida antes da fermentação começar, ou seja, reduz o tempo de contacto entre a película e o mosto quando em comparação com o processo de vinificação de tintos ou moscatéis.

No processo de fermentação, tanto alcoólica como malolática, o teor de OTA reduz significativamente [51]. Esta redução ocorre maioritariamente pela absorção pelos tecidos das uvas e pelas paredes das células das leveduras e bactérias envolvidas [47]. Na Figura 2.11 podemos observar as várias etapas de produção do vinho tinto e branco e onde ocorrem variações no teor de OTA. No processo de produção do vinho tinto estão representadas três setas vermelhas na etapa da fermentação alcoólica,

o que nos indica um grande aumento do teor de OTA. Este aumento verifica-se apenas no início da fermentação, havendo um decréscimo no final da mesma após a etapa de prensagem. Nas quatro primeiras etapas representadas na figura o aumento do teor de OTA é causado pelos danos que podem surgir nos tecidos das uvas durante o seu manuseamento.

Antes da etapa de engarrafamento os vinhos brancos passam por uma filtração no final da etapa de clarificação, esta filtração quando realizada por membranas de 0,45µm pode reduzir até 80% o teor de OTA, visto que retêm as macromoléculas do vinho no filtro [47].

Depois de engarrafados alguns tipos de vinhos necessitam de um período de envelhecimento, onde normalmente existe um decréscimo do teor de OTA [51]. Este decréscimo pode ser justificado pela precipitação de componentes sólidos do vinho (mosto, restos de leveduras e bactérias) que se ligam eficientemente à OTA [47].

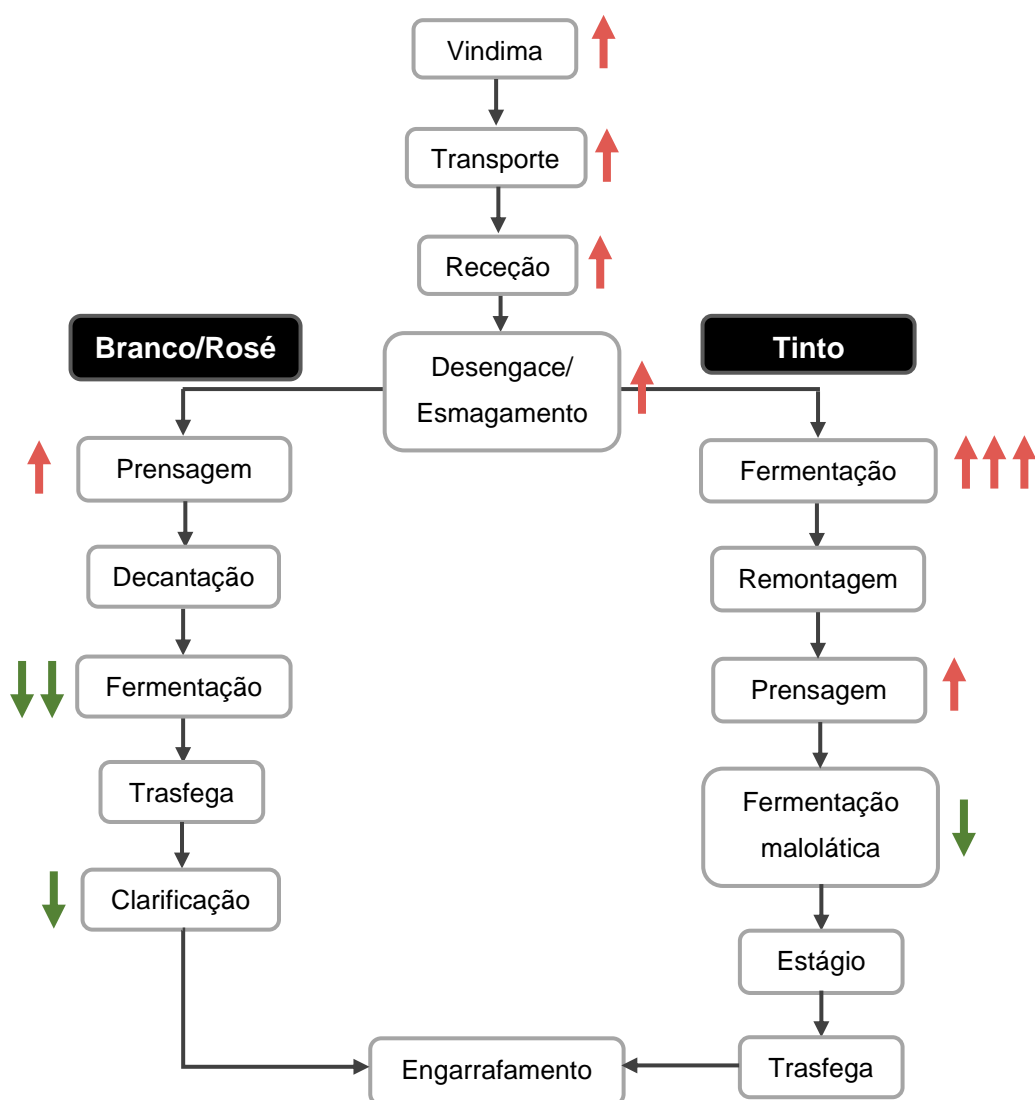


Figura 2.11 – Representação esquemática do processo de fabrico do vinho. Etapas de produção do vinho tinto (direita) e do vinho branco/rosê (esquerda). As setas representadas indicam se a quantidade de Ocratoxina A (OTA) aumenta (vermelho) ou diminui (verde) durante cada etapa. Adaptado de [47].

Podemos deste modo concluir que a OTA é removida do vinho através da sua adsorção pelo bagaço do vinho, pela pele da uva e por microrganismos envolvidos na fermentação alcoólica ou malolática, visto que os mesmos são removidos no final do processo de produção dos vinhos. Outra justificação que tem vindo a ser estudada é a sua transformação em micotoxinas modificadas durante o processo de fermentação [45]. Apesar da diminuição do teor de OTA poder chegar até 80% no final do processo de vinificação nunca é totalmente eliminada detetando-se sempre no produto final [45, 52].

Segundo a OIV o a determinação do teor de ocratoxina nos vinhos tintos rosé e brancos, deve ser feito recorrendo a uma coluna de imunoafinidade e uma cromatografia líquida de alto desempenho com detetor de fluorescência (HPLC) [30, 53].

2.5.5. Melamina

A melamina é um composto orgânico alcalino que pode estar presente em diversos tipos de alimentos, sendo proveniente do contacto dos mesmos com materiais feitos de resinas melamina-formaldeído como os laminados, os plásticos e os revestimentos [54, 55]. Foi sintetizada pela primeira vez em 1834 por Liebig, um cientista alemão, aquecendo tiocianato de potássio com cloreto de amónio. Industrialmente a sua produção é realizada através do aquecimento de ureia na presença de amoníaco [56].

Nos finais de 2008 foi detetada a presença de melamina em leites infantis na China e milhares de crianças foram afetadas pelo seu consumo. O uso da melamina no leite faz com que os níveis de proteína pareçam mais altos do que realmente são visto que, o teste usado apenas quantificava a presença de nitrogénio, que está presente em aminoácidos e por consequente em proteínas, mas também está presente noutras moléculas não proteicas como a melamina. Por este motivo tem sido utilizada por várias indústrias com o objetivo de reduzir os custos de produção aumentando consideravelmente os teores proteicos [56]. Estes incidentes denunciaram uma deficiência nos sistemas de segurança alimentar, alertando assim as entidades competentes para a necessidade do controlo dos níveis de melamina em vários géneros alimentícios para além do leite [55].

A melamina não é metabolizada pelo animais e é excretada em mais de 90% através da urina em 24 horas. De um modo geral pode-se considerar a toxicidade da melamina baixa, no entanto esta pode produzir irritação das vias respiratórias, olhos, pele e sistema digestivo, hipertensão e danos renais [57]. O limite máximo do teor de melamina nos géneros alimentícios e em fórmulas para lactentes é respetivamente 2,5 mg/kg e de 1 mg/kg [58].

Na produção de vinho a única possível fonte de contaminação de melamina acontece durante o engarrafamento dos vinhos engarrafados em *bag-in-box* (BIB), visto que estes têm na sua constituição plástico.

3. Materiais e métodos

O trabalho desenvolvido para a elaboração desta dissertação dividiu-se em duas partes, uma análise de tendências aos contaminantes focada na variação dos teores de SO₂ da cuba para o produto acabado e por fim com o objetivo de melhorar a gestão de fornecedores, uma análise de risco às folhas de cálculo utilizadas pela empresa e às mesmas depois de implementadas algumas das hipóteses de melhoria.

3.1. Análise de tendências - Dióxido de enxofre

Como referido anteriormente o dióxido de enxofre quando acima das concentrações recomendáveis pode ter consequências para a saúde do Homem comportando-se como um contaminante, mas em concentrações recomendáveis exerce um papel muito importante na conservação dos vinhos.

A empresa verificou que em diferentes tipos de vinho existia frequentemente um decréscimo da quantidade de SO₂ livre e SO₂ total na passagem dos vinhos da cuba para o produto final. Assim sendo, seria vantajoso perceber em que vinhos esta variação seria mais ou menos acentuada de forma a puderem ser tomadas precauções e correções durante o fabrico do vinho.

Quando se pretende comparar o valor médio de uma mesma variável (quantitativa) em dois ou mais grupos independentes pode recorrer-se a testes de hipóteses, que têm como objetivo a escolha entre duas hipóteses estatísticas, a hipótese a ser testada, hipótese nula (H_0), e a hipótese alternativa (H_1). Estes testes podem ser divididos em dois grupos: testes paramétricos e testes não paramétricos. Os testes paramétricos só podem ser realizados quando se verificam dois pressupostos, a normalidade das distribuições e a homogeneidade das variâncias. Quando algum destes pressupostos não se verificar devem ser realizados testes não paramétricos.

Se a comparação for entre duas populações independentes e o teste for paramétrico podemos usar o teste t-student, caso contrário usamos o teste Mann-Whitney. Do mesmo modo para três ou mais populações podemos usar o teste ANOVA-one way no caso de ser um teste paramétrico e o teste de Kruskal-Wallis no caso de ser um teste não paramétrico. Quando após realizado o teste ANOVA one-way ou o teste de Kruskal Wallis se rejeita a hipótese nula, recorre-se aos teste de Scheffé e de Dunn respetivamente. Na figura seguinte podemos observar um esquema representativo do método de análise descrito anteriormente.

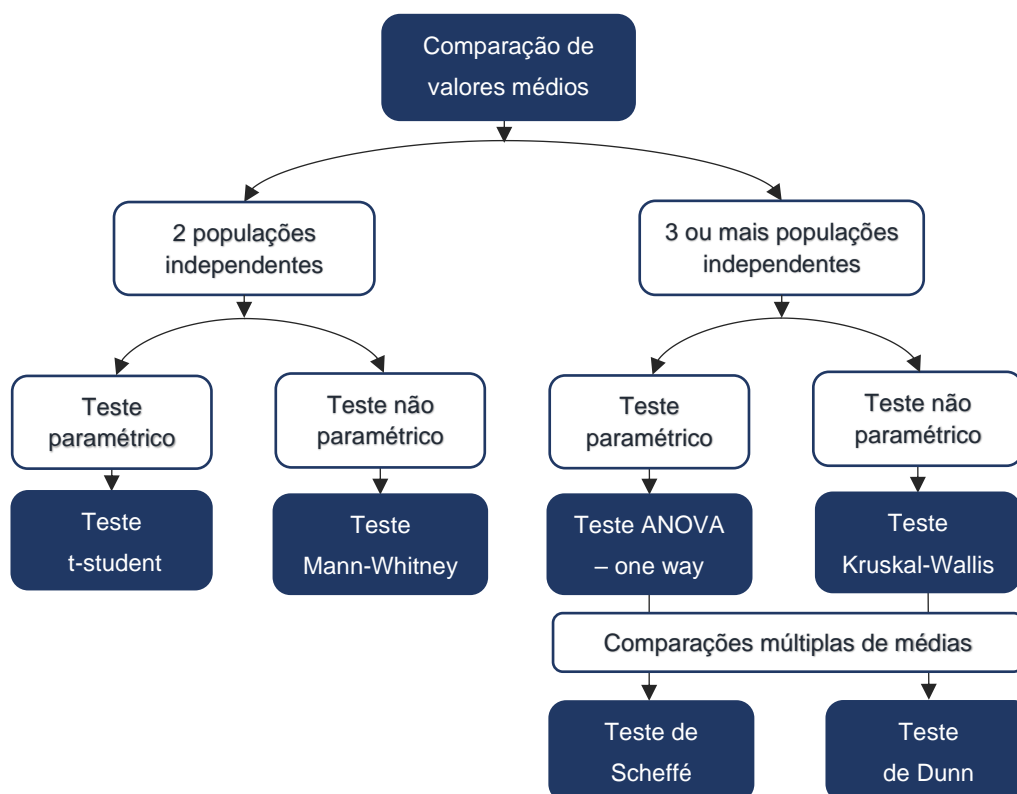


Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia adotada para a comparação de valores médios de uma mesma variável em dois ou mais grupos independentes.

De forma a verificar se as distribuições amostrais seguem uma distribuição normal realiza-se o teste de Shapiro-Wilk, para amostras com dimensões inferiores ou iguais a 50, e o teste de Kolmogorov-Smirnov para amostras com dimensões superiores a 50 [59].

Tabela 3.1 – Descrição dos testes de normalidade [59, 60].

| | Shapiro-Wilk | Kolmogorov-Smirnov |
|-----------------------------|--|--|
| Hipóteses | <p>H_0: A variável em estudo provém de uma população com distribuição normal ($F(x) = F_0(x)$ para qualquer x).</p> <p>H_1: A variável em estudo não provém de uma população com distribuição normal $F(x) \neq F_0(x)$ em pelo menos um valor de x.</p> | |
| Estatística de teste | $W = \frac{(\sum_{i=1}^n a_i X_{(i)})^2}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}$ | $T = \text{Max} F_0(x) - F_n(x) $ |
| | <p>$X_{(i)}$: i.ésima estatística de ordem</p> <p>\bar{X}: média amostral</p> | <p>$F_0(x)$ função de distribuição da variável aleatória X</p> <p>$F_n(x)$ função de distribuição empírica.</p> |

Para que se possa realizar qualquer um dos testes paramétricos, tem de se verificar H_0 para todos os grupos de dados, quando tal não sucede, rejeita-se a hipótese nula. O teste paramétrico terá de ser confirmado pelo teste não paramétrico equivalente.

Por fim é necessário verificar se a variável dependente apresenta homogeneidade nas variâncias dos grupos, para isso utiliza-se o teste de Levene, onde:

H₀: As variâncias populacionais são homogêneas em ambos os grupos em estudo ($\sigma_1^2 = \sigma_2^2$)

H₁: As variâncias populacionais não são homogêneas em ambos os grupos em estudo. ($\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$)

Nestes testes é realizada a transformação dos dados originais que são depois aplicados ao teste ANOVA.

Testes Paramétricos

▪ Teste t-student:

Técnica paramétrica que permite verificar se existem diferenças significativas entre as médias de 2 populações.

Hipóteses:

H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores médios nos dois grupos ($\mu_1 = \mu_2$).

H₁: Existem diferenças significativas nos dois grupos ($\mu_1 \neq \mu_2$).

Estatística de teste:

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}} \quad \text{Equação 11}$$

Onde:

\bar{X}_1 e \bar{X}_2 são as médias de cada grupo;

S_1 e S_2 são os desvios padrão para cada grupo;

N_1 e n_2 número de observações de cada grupo.

Os graus de liberdade são calculados pela seguinte expressão:

$$df = n_1 + n_2 - 2 \quad \text{Equação 12}$$

• Teste ANOVA One Way:

Técnica paramétrica que permite verificar se existem diferenças significativas entre as médias de 3 ou mais populações.

Hipóteses:

H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores médios das k populações. ($\mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_n$)

H₁: Existe pelo menos um par de médias significativamente diferentes. ($\mu_i \neq \mu_j$ para qualquer i, j)

Tabela 3.2 – Descrição do teste ANOVA One Way [60].

| | Formula |
|--|--|
| Média amostra de cada grupo. | $\bar{Y}_L = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}$ |
| Média total das observações. | $\bar{Y}_{..} = \frac{\sum_{i=1}^g \sum_{j=1}^n Y_{ij}}{g \times n}$ |
| Soma dos quadrados entre grupos. | $SS_G = n \sum_{i=1}^g (\bar{Y}_L - \bar{Y}_{..})^2$ |
| Soma dos quadrados dentro de cada grupo. | $SS_E = \sum_{i=1}^g \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_L)^2$ |
| Soma total dos quadrados. | $SS_T = SS_G + SS_E$ |
| Média dos quadrados entre os grupos. | $MS_G = \frac{SS_G}{g - 1}$ |
| Média dos quadrados dentro dos grupos. | $MS_E = \frac{SS_E}{g(n - 1)}$ |
| Razão F | $F = \frac{MS_G}{MS_E} \sim F_{g-1, g(n-1)}$ |
| p-value | $P(F > F_{obs} H_0) = 1 - P(F < F_{obs}) = 1 - F_{g-1, g(n-1)}(F_{obs})$ |

g: número de grupos

n: número de observações

Testes não paramétricos

Permitem a comparação entre duas amostras independentes de dimensões diferentes. O teste Mann-Whitney é o teste alternativo ao teste t-student quando não é verificado o pressuposto da normalidade. Ao contrário do teste t-student que compara as médias das duas amostras, este teste compara a mediana das mesmas de forma a determinar se existem diferenças entre as populações. O teste de Kruskal-Wallis é a reformulação do teste de Mann-Whitney para a comparação de valores médios de três ou mais populações independentes.

Nestes testes começa-se por ordenar todas as observações por ordem crescente e atribuir as respetivas classificações, ranks, a cada observação. O menor valor é classificado com 1 e o segundo menor com 2, quando existirem observações repetidas a classificação atribuída deve ser uma média, por exemplo se existirem valores repetidos na classificação 6,7 e 8 a todos deve ser atribuído o valor de 6,5 [61].

Tabela 3.3 – Descrição dos testes não paramétricos para comparação dos valores médios entre populações [60, 61].

| | Teste Mann-whitney – (2 populações independentes) | Teste Kruskal-Wallis – (3 ou mais populações independentes) |
|-----------------------------|--|--|
| Hipóteses | <p>H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores das medianas das 2 populações. ($\theta_1 = \theta_2$)</p> <p>H₁: As medianas das 2 populações são significativamente diferentes. ($\theta_1 \neq \theta_2$)</p> | <p>H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores das medianas das k populações. ($\theta_1 = \theta_2 = \dots = \theta_k$)</p> <p>H₁: Existem pelo menos um par de medianas significativamente diferentes. ($\theta_i \neq \theta_j$ para qualquer i,j)</p> |
| Estatística de teste | $U_1 = N_1N_2 + \frac{N_2(N_2 + 1)}{2} - R_1$ $U_2 = N_1N_2 + \frac{N_1(N_1 + 1)}{2} - R_2$ $U = \text{Minimo}\{U_1, U_2\}$ | $K = \frac{12}{N(N + 1)} \sum_{i=1}^k \frac{R_i^2}{n_i} - 3(N + 1)$ |
| | <p>N1: dimensão da amostra 1.</p> <p>N2: dimensão da amostra 2.</p> <p>Ri: soma todas as classificações</p> | <p>N: soma de dados de todas as amostras;</p> <p>k: número de amostras;</p> <p>Ri: soma todas as classificações;</p> <p>ni: tamanho da amostra</p> |

Testes de comparações múltiplas

O teste de Scheffe, teste paramétrico, conhecido também por diferença *fully significant difference* (FSD), considera duas médias significativamente diferentes se o valor absoluto das suas diferenças amostrais ultrapassar o valor de teste. O teste de Dunn, teste não paramétrico, segue a mesma linha de raciocínio que o teste de Scheffe mas para as medianas das populações.

Tabela 3.4 - Descrição dos testes de comparações múltiplas [60].

| | Teste paramétrico – Teste de Scheffe | Teste não paramétrico – Teste de Dunn |
|-----------------------------|--|--|
| Hipóteses | <p>H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores médios das 2 populações ($\mu_i = \mu_j$).</p> <p>H₁: Existe pelo menos um par de médias significativamente diferentes ($\mu_i \neq \mu_j$).</p> | <p>H₀: Não existem diferenças significativas entre os valores das medianas das 2 populações ($\theta_i = \theta_j$).</p> <p>H₁: Existe pelo menos um par de medianas significativamente diferentes ($\theta_i \neq \theta_j$).</p> |
| Estatística de teste | $FSD = \sqrt{(k - 1)F_{\alpha, k-1, N-k}} \sqrt{QME \left(\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_j} \right)}$ | $D = d_{(k; N-k)} \sqrt{\left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) QME}$ |
| | <p>k: número de níveis</p> <p>N-k: graus de liberdade dos erros</p> <p>QME: quadrado médio dos resíduos</p> <p>r: número de repetições dos tratamentos</p> | |

3.2. Gestão eficaz de fornecedores

Na última versão do referencial BRC foi reforçada a importância da revisão contínua do desempenho dos fornecedores, deste modo e com o objetivo de melhorar a gestão de fornecedores da empresa foram revistos os ficheiros Excel utilizados para a introdução e consulta de dados de forma a reduzir o risco associado à mesma.

De forma a classificar o risco das folhas de cálculo eletrónicas utilizadas pela empresa e das mesmas com as hipóteses de melhoria implementadas, optou-se pelo uso do método FMEA (*Failure Mode and Effect Analysis*). Para a realização desta análise foram considerados dois índices de classificação de forma a determinar o risco associado, a probabilidade (P) e a gravidade (G):

O índice de probabilidade (P) foi definido pelo número de vezes que uma determinada falha acontece ao longo do ano, aquando a utilização das folhas de cálculo eletrónicas. Na Tabela 3.5 podemos observar valores dos índices usados para classificar a probabilidade de ocorrência de uma falha e o seu respetivo critério de classificação, baseados numa escala numérica de 1 a 5. Segundo o artigo analisado, uma escala numérica de 1 a 5 permite uma classificação mais uniforme dos riscos quando os mesmos são analisados por duas equipas diferentes, sendo assim um método mais consistente [62]. Não existindo qualquer tipo de dados históricos relativamente ao índice de cada um destes critérios, os mesmos foram definidos pela experiência dos utilizadores.

Tabela 3.5 – Índices de probabilidade e respetivos critérios.

| Probabilidade (P) | | |
|-------------------|------------|----------|
| Índice | Descrição | Critério |
| 1 | Nula | 0/ano |
| 2 | Baixa | 1/ano |
| 3 | Média | 2/ano |
| 4 | Alta | 3/ano |
| 5 | Muito alta | 4/ano |

Na elaboração do índice de gravidade (G), teve-se em conta os efeitos que as possíveis falhas teriam na aprovação dos fornecedores. O índice de gravidade foi baseado numa escala numérica de 1 a 5 onde 5 corresponde à pior das consequências, na qual o fornecedor não é aprovado, e 1 que corresponde a uma falha que não causa qualquer consequência.

Tabela 3.6 – Índice de gravidade e respetivos critérios.

| Gravidade (G) | | |
|---------------|------------|---|
| Índice | Descrição | Critério |
| 1 | Nula | Sem efeito. |
| 2 | Baixa | Falha com poucas consequências que não impedem a aprovação do fornecedor. |
| 3 | Média | Falha com poucas consequências que podem impedir a aprovação do fornecedor. |
| 4 | Alta | Falha com consequências que podem impedir a aprovação do fornecedor. |
| 5 | Muito alta | Falha com consequências que impedem a aprovação do fornecedor. |

O nível de risco (NR) é ser determinado através da seguinte equação:

$$NR = (G) \times (P) \quad \text{Equação 13}$$

Os vários valores possíveis de NR podem ser observados na Tabela 3.7, assim como a sua classificação pelo esquema de cores definido através do seu valor.

Tabela 3.7 – Níveis de risco, calculados pelo produto da gravidade (G) e da probabilidade (P) de ocorrência de uma determinada falha.

| | | Gravidade | | | | |
|---------------|---|-----------|----|----|----|----|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Probabilidade | 1 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| | 2 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |
| | 3 | 3 | 6 | 9 | 12 | 15 |
| | 4 | 4 | 8 | 12 | 16 | 20 |
| | 5 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 |

| Índice | Descrição |
|------------|-----------|
| NR ≤ 5 | Baixo |
| 5 < NR ≤ 9 | Médio |
| NR ≥ 10 | Alto |

Por observação da Tabela 3.7, verifica-se que existem três níveis de risco principais de forma a salientar a urgência, ou não, da falha analisada. Para um NR menor ou igual a 5, a intervenção não é necessária ou a urgência de intervenção é reduzida sendo classificada como nível baixo. Quando o NR é maior que 5 e menor ou igual a 9, o nível é classificado como médio sendo necessária uma ação corretiva, mas não tão urgente como quando o NR é maior que 10.

Na Figura 3.2 está representado um fluxograma com as etapas necessárias à implementação da análise de risco, FMEA. Primeiramente devem ser identificadas as tarefas executadas e os possíveis modos de falha associados, assim como os seus efeitos. Após identificados procede-se à determinação do seu índice de probabilidade e gravidade, de forma a identificarmos o risco associado. Caso o risco seja significativo deve-se proceder à aplicação de ações corretivas e sujeitar a tarefa novamente a toda a análise de forma a concluir se o nível de risco diminui ou não. Quando o risco é não significativo a sua análise pela FMEA considera-se concluída.

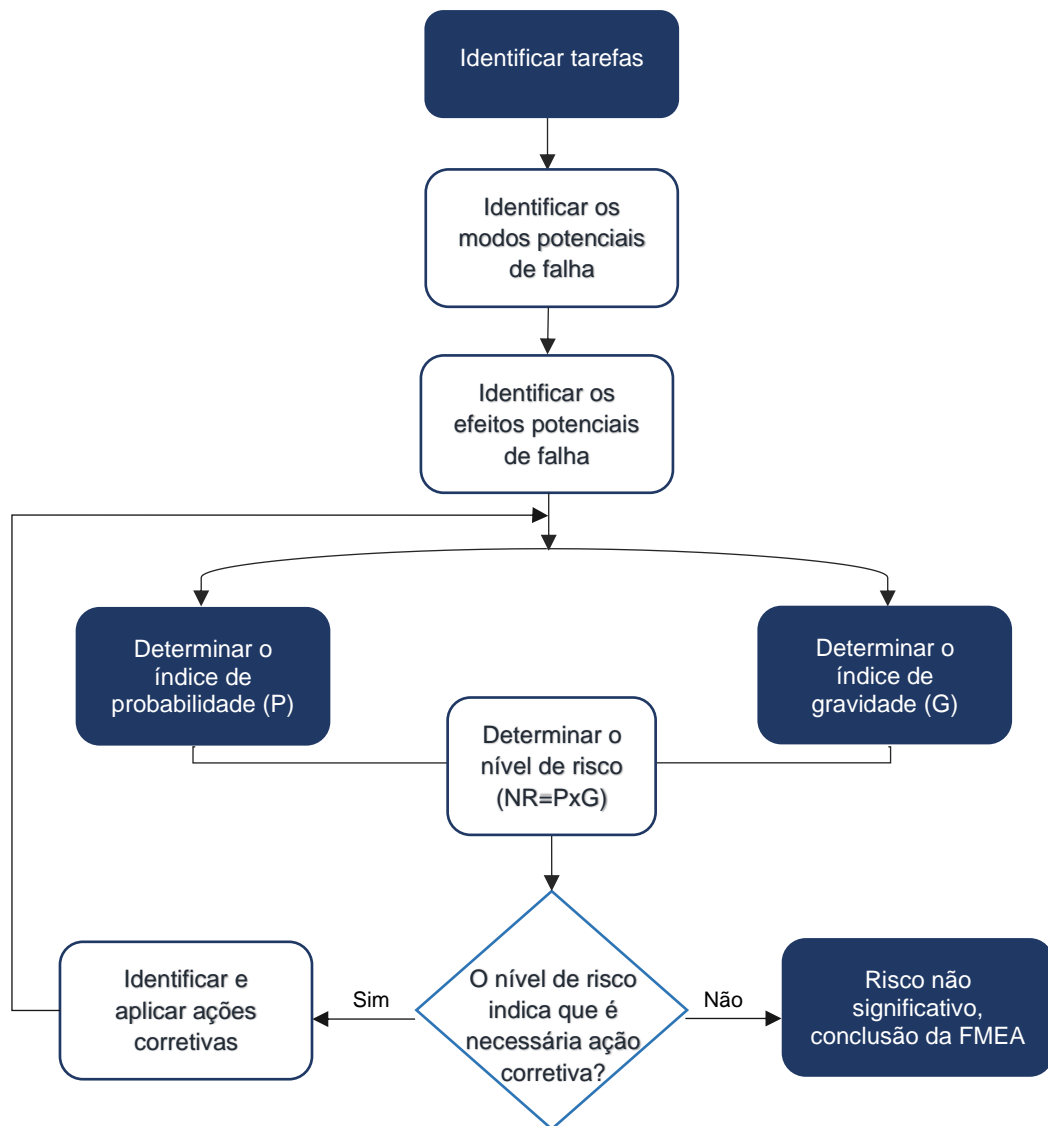


Figura 3.2 - Fluxograma de implementação FMEA. Adaptado de [31].

4. Resultados e discussão

4.1. Análise de tendências aos contaminantes

Na tabela seguinte podemos verificar que os níveis dos contaminantes em alguns dos vinhos produzidos na empresa JMF, entre os anos de 2016 a 2019, se encontraram sempre abaixo dos limites de quantificação presentes na legislação, demonstrando o correto funcionamento do plano HACCP implementado pela empresa. Os vinhos selecionados para análise foram os vinhos das colheitas que são comercializadas em grande volume, os quais estão representados através de códigos internos da empresa.

Tabela 4.1 - Análise de tendências dos metais pesados de 2016 a 2019.

| | 2016 | 2017 | 2018 | 2019 |
|-----------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Metais Pesados | PRV | JMT | PRV | MOT |
| | LRN | JPB | BSE | SDR |
| Pesticidas | PRV | JMT | MOT | PER |
| | LRN | JPB | LRN | PEB |
| Alergénios | PER | PRV | PRV | SDR |
| | JMT | LRN | LRN | JMT |
| | BSE | PEB | BSE | PEB |
| Ocratoxina A | PER | PRV | PRV | SDR |
| | JMT | LRN | LRN | JMT |
| | BSE | PEB | BSE | PEB |
| Melamina | PRV* | PRV* | PRV* | PRV* |
| Resultados | <LQ Conforme Legislação | <LQ Conforme Legislação | <LQ Conforme Legislação | <LQ Conforme Legislação |

LQ – limite de quantificação

* Engarrafado em Bag-in-box

Também o dióxido de enxofre é considerado um contaminante do vinho, por ser um alérgico. Tal como referido acima nas análises dos últimos anos o valor do mesmo manteve-se sempre abaixo dos limites legais. Mas o interesse pelo SO₂ não é apenas em relação ao seu valor máximo, mas sim também ao seu valor mínimo, visto que, o mesmo assegura a correta conservação dos vinhos. Após verificada uma tendência na diminuição do seu teor na passagem da cuba para o produto

acabado, demonstrou-se oportuna uma análise mais pormenorizada ao mesmo em vários tipos de vinhos.

4.1.1. Variação do dióxido de enxofre livre e total

Nesta secção irão ser analisadas as variações de SO₂ livre e total para 5 vinhos diferentes, os registos analíticos destes vinhos encontram-se apresentados no Apêndice A. Foram analisados os vinhos Rosé A, Tinto B, Tinto C, Branco D e Branco E. O vinho Tinto B e Tinto C correspondem ao mesmo vinho, mas o vinho Tinto B é engarrafado em *bag's in box* de 3l e o vinho Tinto C em garrafas de vidro de 75cl. Na tabela seguinte encontra-se o número de dados disponíveis sobre a produção de cada vinho, a capacidade do recipiente onde são engarrafados e a linha onde são produzidos.

Tabela 4.2 – Tabela resumo dos vinhos analisados.

| Vinho | Nº de dados | Capacidade lt | Linha |
|----------|-------------|---------------|-------|
| Rosé A | 94 | 0,75 | I |
| Tinto B | 74 | 3 | II |
| Tinto C | 34 | 0,75 | III |
| Branco D | 26 | 0,75 | IV |
| Branco E | 22 | 0,75 | IV |

As variações analisadas foram calculadas pela diferença entre o valor do teor de SO₂ na cuba e de SO₂ no produto final ou produto acabado. Todos os testes realizados nesta secção foram executados recorrendo ao programa XLSTAT [63].

$$\text{Variação de SO}_2 = \text{SO}_2 \text{ Cuba} - \text{SO}_2 \text{ Produto acabado} \quad \text{Equação 14}$$

A incerteza de medição do método, descrito no Apêndice B, utilizado na medição do SO₂ livre e total é 10mg/L, aplicando a equação descrita abaixo a incerteza da subtração da variação do SO₂ é de 14,14 mg/L.

$$\sigma_c = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_B^2} \quad \text{Equação 15}$$

Toda a análise estatística que se segue poderá ser comprometida devido à elevada incerteza associada a este método, e por consequência associada à incerteza da variação do SO₂ que é o fator em estudo. Na Figura 4.2. e 4.3. temos dois diagramas de extremos e quartis nos quais é representada a média por um "X", a mediana que corresponde à linha dentro da caixa, o primeiro e o terceiro quartis que correspondem aos limites da caixa, e os valores máximos e mínimos aos bigodes. Os pontos exteriores aos bigodes são chamados de *outliers*, pontos considerados discrepantes que podem ser causados por erros quer na sua recolha ou introdução [64].

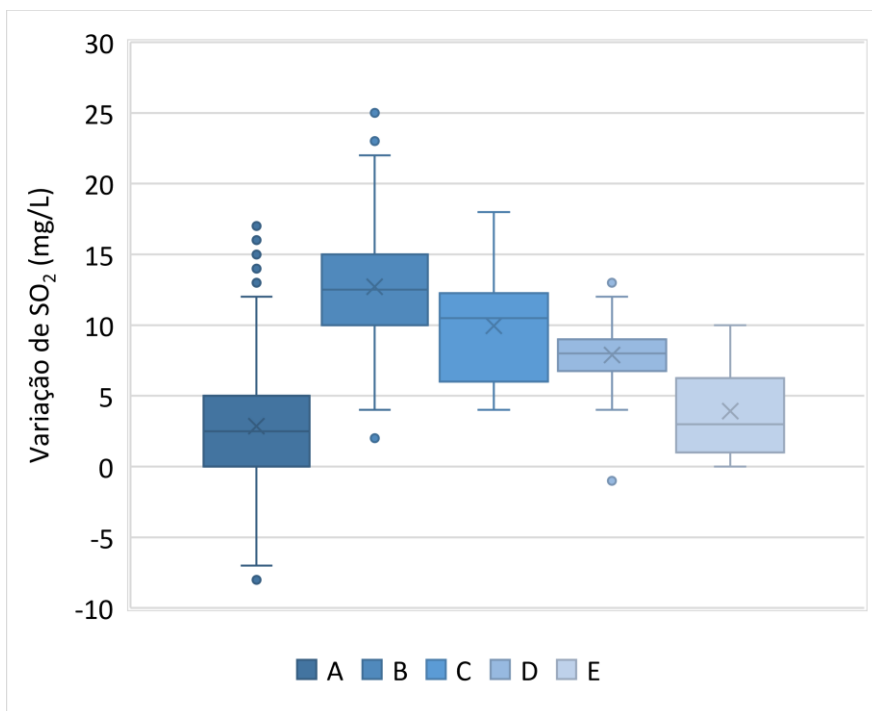


Figura 4.1 – Diagrama de extremos do quartis da variação de SO₂ livre.

Observando a linha central de todas as caixas, verifica-se que existem variações no valor da mediana de vinho para vinho. O vinho Tinto C apresenta uma elevada dispersão de dados, seguindo-se os vinhos Rosé A, Tinto B e Branco E com um grau de dispersão mais baixo mas semelhante entre si e por fim o vinho Tinto D com uma baixa dispersão. Os vinhos Rosé A, Tinto B e Tinto D apresentam uma distribuição simétrica, no vinho Tinto C os dados são assimétricos negativos e no Branco E assimétricos positivos. Verifica-se ainda que nos vinhos Tinto B, Tinto C e Branco D o valor mínimo é igual variando apenas o valor máximo de variação.

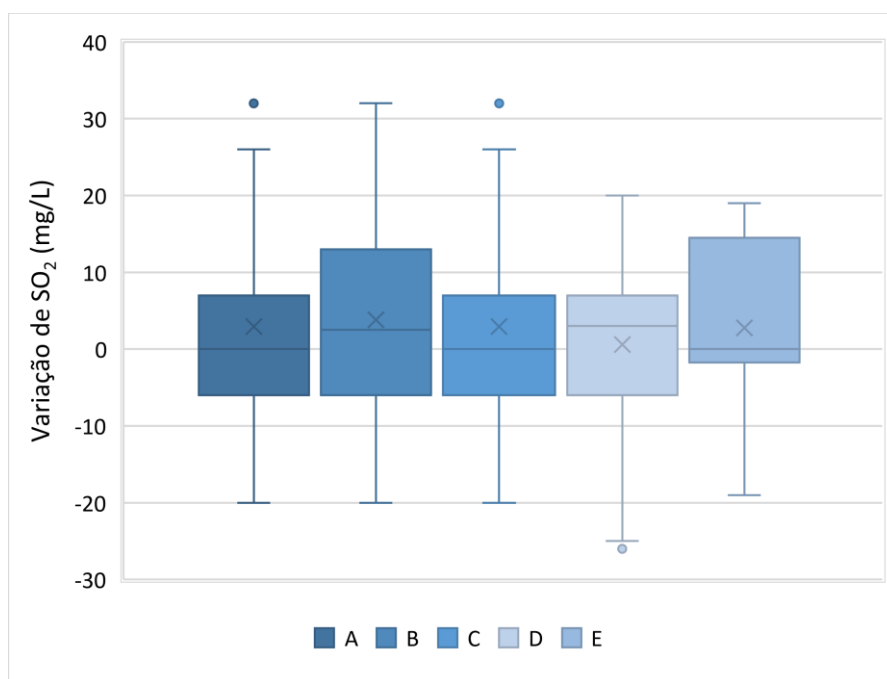


Figura 4.2 – Diagrama de extremos do quartis da variação de SO₂ total.

Ao contrário dos resultados observados no digrama de extremos e quartis para a variação do SO₂ livre, na Figura 4.3. pode-se observar que não existem grandes oscilações nos valores da variação do SO₂ total nos vinhos analisados. Pode-se também verificar que os níveis de variação do SO₂ total são menos elevados que os níveis de variação do SO₂ livre, este comportamento já era espectável pois o SO₂ livre tem tendência a combinar-se alterando a concentração.

De forma a verificarmos em que vinhos as variações de SO₂ eram maiores, procedeu-se à comparação das respetivas médias. Para isso, tal como referido na secção 5.1. é necessário verificar se os pressupostos da normalidade e da homogeneidade das variâncias estão a ser cumpridos.

Na Tabela 4.3 estão apresentados os resultados do teste de normalidade para a variável independente “variação do SO₂ livre” para cada tipo de vinho e na Tabela 4.4 é apresentado os resultados do teste de normalidade para a variável independente “variação do SO₂ total”. Tendo em conta que o teste de Shapiro-Wilk é o teste mais relevante para amostras com menos de 50 observações, este terá mais peso na análise dos dados correspondentes aos vinhos Tinto C, Branco D e Branco E. Por último os vinhos Rosé A e Tinto B serão analisados recorrendo ao teste do Kolmogorov-Smirnov devido às suas dimensões. Em ambos os testes foi utilizado um nível de significância de 5%.

Tabela 4.3- Teste de Kolmogorov-Smirnov e Shaphiro-Wilk para as variações do SO₂ livre para cada vinho.

| | Kolmogorov-Smirnov | | | Shaphiro-Wilk | | |
|-----------------|--------------------|----|-------------|-----------------|----|-------------|
| | Estatística (D) | df | p-value | Estatística (W) | df | p-value |
| Rosé A | 0,11 | 94 | 0,20 | 0,97 | 94 | 0,03 |
| Tinto B | 0,12 | 74 | 0,21 | 0,97 | 74 | 0,06 |
| Tinto C | 0,12 | 34 | 0,64 | 0,95 | 34 | 0,16 |
| Branco D | 0,21 | 26 | 0,18 | 0,91 | 26 | 0,03 |
| Branco E | 0,16 | 22 | 0,58 | 0,91 | 22 | 0,06 |

Tabela 4.4 - Teste de Kolmogorov-Smirnov e Shaphiro-Wilk para as variações do SO₂ total para cada vinho.

| | Kolmogorov-Smirnov | | | Shaphiro-Wilk | | |
|-----------------|--------------------|----|-------------|-----------------|----|-------------|
| | Estatística (D) | df | p-value | Estatística (W) | df | p-value |
| Rosé A | 0,12 | 94 | 0,10 | 0,97 | 94 | 0,03 |
| Tinto B | 0,15 | 74 | 0,07 | 0,97 | 74 | 0,07 |
| Tinto C | 0,19 | 34 | 0,16 | 0,94 | 34 | 0,05 |
| Branco D | 0,18 | 26 | 0,35 | 0,93 | 26 | 0,10 |
| Branco E | 0,18 | 22 | 0,41 | 0,90 | 22 | 0,04 |

Por análise dos resultados para a variação do SO₂ livre verifica-se que todos os vinhos à exceção do D cumprem o pressuposto da normalidade das distribuições amostrais. No caso dos resultados da variação do SO₂ total verifica-se que todos os vinhos à exceção do E verificam o pressuposto da normalidade. Deste modo, não é necessário realizar a análise às variâncias, pois basta falhar um dos pressupostos para garantir a realização dos testes não paramétricos.

Uma vez que não se verificou o pressuposto da normalidade, recorreu-se ao teste não-paramétrico Kruskal-Wallis, de modo a comparar as variações de SO₂ dos diferentes vinhos. Na Tabela 4.5 pelo valor de significância (p-value), observa-se que apenas o SO₂ livre apresenta diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes vinhos, pois o valor de teste obtido é menor que o valor do nível de confiança.

Tabela 4.5 - Teste Kruskal-Wallis variações do SO₂ livre e SO₂ total.

| | SO ₂ livre | SO ₂ total |
|----------------------------|-----------------------|-----------------------|
| K (Valor observado) | 133,412 | 1,412 |
| K (Valor Crítico) | 9,488 | 9,488 |
| df | 4 | 4 |
| p-value | < 0,0001 | 0,842 |

De forma a analisar entre que vinhos se verificam diferenças significativas utilizou-se um teste de comparações múltiplas, o teste de Dunn. Na Tabela 4.6 encontram-se os resultados obtidos.

Tabela 4.6 – Diferenças significativas das variações de SO₂ livre entre os vários vinhos - Teste de Dunn, comparações múltiplas para as variações de SO₂ livre.

| | Branco E | Branco D | Rosé A | Tinto C | Tinto B |
|-----------------|-------------------|--------------|-------------------|---------|---------|
| Branco E | - | | | | |
| Branco D | 0,011 | - | | | |
| Rosé A | 0,652 | 0,000 | - | | |
| Tinto C | <0,0001 | 0,138 | <0,0001 | - | |
| Tinto B | <0,0001 | 0,000 | <0,0001 | 0,031 | - |

De acordo com os valores do teste verifica-se que as diferenças mais significativas são entre os vinhos tintos e brancos, com exceção do Tinto C/Branco D que não apresentam diferenças significativas. Verifica-se ainda diferenças muito significativas entre o vinho Rosé A/Branco D. Os vinhos Branco D/Branco E e Tinto B/Tinto C apresentam diferenças, mas não tão significativas pois o resultado do seu teste aproxima-se ao nível de confiança de 5%. Conclui-se assim que os pares de vinhos que não apresentam diferenças significativas entre si são o Rosé A/Branco E e o Tinto C/Branco D.

Relacionando a informação da Figura 4.2 e da Tabela 4.6 conclui-se que o vinho onde existe maiores variações de SO₂ livre é o vinho Tinto B, seguindo-se o vinho Tinto C e Branco D que não possuem diferenças significativas entre si, e por último os vinhos Rosé A e Branco E onde também não se verifica diferenças significativas.

Apesar de o vinho Tinto B e Tinto C serem exatamente o mesmo vinho estes apresentam diferenças significativas entre si. Uma das justificações para as variações verificadas é o facto de o vinho Tinto C ser engarrafado em garrafas de vidro de 75cl e o vinho Tinto B em *bag-in-box* de 3l. Na linha II, onde é engarrafado o vinho Tinto B, o engarrafamento não é feito de forma direta. Nesta linha o vinho é depositado num recipiente, fechado e sob pressão, de onde vai ser encaminhado por tubagem para a linha de engarrafamento, sendo esta reabastecida à medida que vai esvaziando através do controlo de

nível. Outros dos fatores é a distância percorrida durante o engarrafamento, que é maior na linha II ocorrendo assim um engarrafamento mais demorado quando comparado com a linha III, onde é engarrafado o vinho C. O vinho Tinto C após engarrafado é imediatamente sujeito a análise química, onde é feita a medição do teor de SO₂, ao contrário do vinho Tinto B onde a análise microbiológica é realizada em simultâneo com a análise química, que é realizada 48 horas depois do engarrafamento. O tempo decorrido desde o engarrafamento até à análise química pode ser também uma das justificações para a variação dos valores entre estes dois vinhos.

Para se perceber melhor que fatores é que podem levar à diminuição dos valores do SO₂ livre foi realizado um diagrama de Ishikawa ou diagrama de causa efeito, Figura 4.4. Os principais motivos que levam a esta variação são o tipo de vinho, o erro analítico associado ao método, a linha de engarrafamento usada e o possível contacto com o ar.

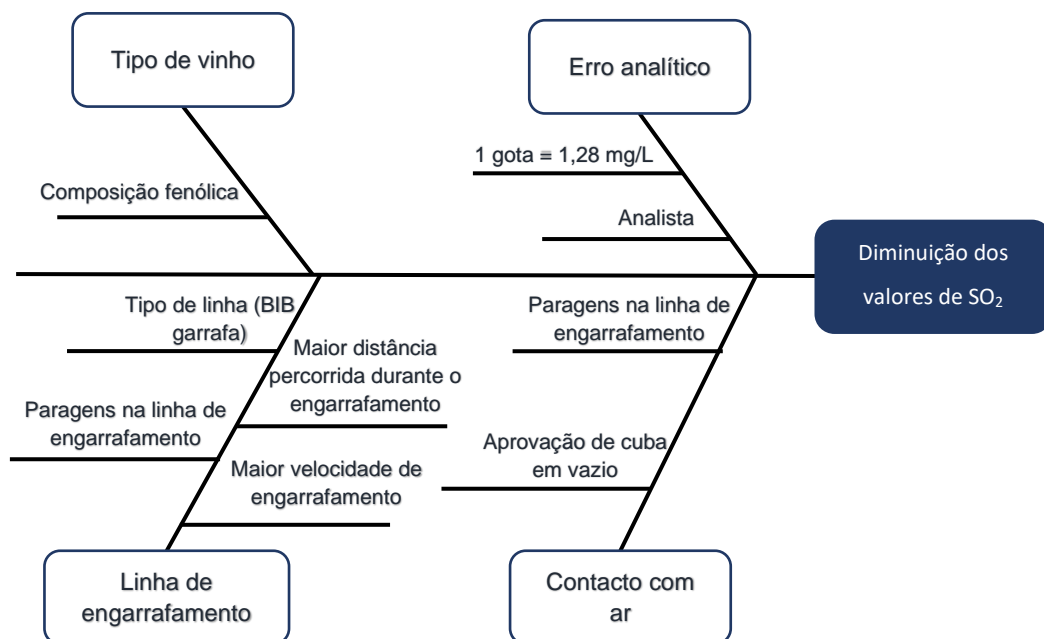


Figura 4.3 – Diagrama de causa e efeito para a diminuição do SO₂ livre após o engarrafamento.

Alguns dos valores de variação do SO₂ podem também ser afetados devido a erros cometidos pelo analista. Estes erros têm maior incidência nos vinhos tintos, tendo em conta que o ponto de viragem durante a titulação é mais visível nos vinhos brancos do que nos tintos, causando a adição de mais ou menos gotas através da bureta. Considerando que o volume de uma gota utilizado na titulação para a medição do SO₂ corresponde a 0,1 ml, podemos calcular o seu impacto no valor final da medição do SO₂ pela expressão:

$$SO_2 \left(\frac{mg SO_2}{L \text{ vinho}} \right) = V_I \times \left[\frac{N_I \times \frac{1L \text{ solução}}{1000 mL \text{ solução}} \times \frac{M(SO_2)}{n} \times \frac{1000 mg SO_2}{1g SO_2}}{V_a} \right]$$

$$= V_I \times \left[\frac{0,01 \frac{\text{mol iodo}}{\text{L solução}} \times \frac{1 \text{ L solução}}{1000 \text{ mL solução}} \times \frac{64 \frac{\text{g SO}_2}{\text{mol SO}_2}}{1 \frac{\text{mol iodo}}{\text{mol SO}_2}} \times \frac{\text{g SO}_2}{\text{mol}} \times \frac{1000 \text{ mg SO}_2}{1 \text{ g SO}_2}}{0,050 \text{ L vinho}} \right]$$

$$= V_I \times 12,8 \frac{\text{mg SO}_2}{\text{ml solução L vinho}}$$

Onde:

- V_I → Volume de titulante gasto (ml solução)
- V_a → Volume da amostra (L vinho)
- N_I → Concentração da solução de titulante iodo (M)
- n → Número de elétrões de valência
- M → Massa molar (g/mol)

O impacto de uma gota no nível de SO_2 corresponde a 1,28 mg SO_2/L de vinho. Assim sendo, se o analista adicionar mais ou menos uma gota ao titulado, a análise de SO_2 livre na cuba e no produto acabado sofrerá uma alteração considerável, podendo induzir em erro quando analisados os valores das sua variações.

No final de cada engarrafamento é realizada a sanitização das linhas, seguindo-se um enxaguamento. De forma a que não exista qualquer vestígio de água antes do engarrafamento seguinte é realizada uma purga, que consiste na passagem de 40/50L de vinho pelas linhas antes do início do seu engarrafamento. Uma purga que não elimine todos os resíduos de água das linhas pode fazer com que na primeira medição do SO_2 o vinho possa ter vestígios de água, podendo fazer com que o SO_2 livre por diluição diminua a sua concentração. Quando o vinho a ser engarrafado passa pelas linhas com caudal muito elevado o SO_2 pode fazer conduzir à sua diminuição devido ao aumento da entropia.

As linhas utilizadas na empresa são linhas com mais de 30 anos, sendo propensas a paragens devido a problemas nas máquinas utilizadas (máquina de lavar garrafas, máquina de encher, máquina de rolar/encapsular e máquina de rotular), aumentando deste modo o tempo de exposição do vinho com o ar e por consequente a quantidade de oxigénio dissolvido no mesmo, o que faz com que o SO_2 reaja e se combine com mais facilidade ao reagir com os produtos de oxidação do vinho, em particular o peróxido de oxigénio [65, 66].

Na maioria dos engarrafamentos as cubas aprovadas estão totalmente cheias, com 15000L, mas por vezes são aprovadas com apenas 10000L ou 12000L, o que cria um espaço vazio permitindo a presença de oxigénio o que irá fazer com que o SO_2 livre se combine com mais facilidade causando assim o seu decréscimo [65].

Observando os valores de variação de SO_2 separadamente em vez de apenas o seu valor médio, observamos que por vezes, ao contrário do que seria esperado, é verificado um aumento do seu teor na passagem da cuba para o produto acabado. Este aumento pode ser justificado pelo facto de por vezes o nível de SO_2 ser verificado imediatamente após a sua correção na cuba, não tendo tempo para se combinar totalmente. Mais uma vez estas variações também podem ser influenciadas por erros por parte do analista.

4.2. Gestão eficaz de fornecedores

O ficheiro Excel original utilizado pela empresa, para cada um dos fornecedores, era constituído por uma folha de aprovação de fornecedores, uma folha de avaliação e uma folha de contactos onde era introduzida diretamente toda a informação. Depois de implementadas algumas ações corretivas em cada ficheiro, foram introduzidas 3 novas folhas: a de rosto, a de relatório e a de informação sobre os fornecedores. Nesta última foram introduzidas todas as informações necessárias ao preenchimento da folha de aprovação, de avaliação e de contactos, sendo que neste momento estas folhas, mantendo o formato original, serão preenchidas automaticamente. No seguinte subcapítulo serão descritos os novos ficheiros de aprovação de fornecedores bem como um exemplo de cada uma das folhas de cálculo presentes nos mesmos.

4.2.1. Constituição dos ficheiros excel

1. Folha de rosto

Esta é a primeira folha de cálculo presente no documento, onde podemos encontrar várias informações como a estrutura do documento, o esquema de cores utilizado nos alertas das validades, uma lista das pessoas autorizadas a realizar alterações e um registo da data da última atualização.

| Estrutura: | |
|------------|---|
| 1. | Relatório/Avisos Importantes; |
| 2. | Informação dos Fornecedores |
| 3. | Aprovação dos Fornecedores; |
| 4. | Avaliação dos Fornecedores/Transportadores; |
| 5. | Contactos dos Fornecedores; |

| Autorizados | |
|-------------|--|
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |

| Validades | |
|-----------|----------|
| | < 3meses |
| | Expirado |

| Data de atualização: |
|----------------------|
| |

Figura 4.4 – Exemplo da folha de rosto do ficheiro Excel.

2. Folha de relatório

A folha de relatório consiste num resumo que avisa o utilizador se algum dos requisitos necessários à aprovação do fornecedor está em falta, em vias de expirar ou expirado, caso não haja qualquer informação em falta ou expirada a mesma transmite ao utilizador que o fornecedor tem todos os requisitos em dia. Esta é adaptada às exigências necessárias à aprovação de cada tipo de fornecedor. Na figura seguinte podemos observar uma folha exemplo utilizada para a aprovação dos fornecedores de vinho, mosto e aguardente.



Relatório Fornecedores Aprovados de Vinho, Mosto e Aguardente

| Fornecedores | Fornecedores em dia | | Fornecedores c/ Certificação GFSI | | | Fornecedores s/ Certificação GFSI | | | | | |
|--------------|---------------------|---------|-----------------------------------|------------|------------|-----------------------------------|-----------------|-----------|-----------------|-----------|-----------------|
| | c/ GFSI | s/ GFSI | Expirado | 3 Meses | Em Falta | Expirado | | 3 Meses | | Em Falta | |
| | | | FSSC 22002 | FSSC 22002 | FSSC 22002 | Inquérito | Rastreabilidade | Inquérito | Rastreabilidade | Inquérito | Rastreabilidade |
| A | | | ✓ | | | | | | | | |
| B | | | | | | ✓ | ✓ | | | | |
| C | | | ✓ | | | | | | | | |
| D | | | ✓ | | | | | | | | |
| E | | | | | | | | | | ✓ | |
| F | | | | | ✓ | | | | | | |
| G | | | | | | | | | | ✓ | ✓ |
| H | | ✓ | | | | | | | | | |
| I | | | | | | ✓ | | | | | ✓ |
| J | | | | | | | | | | ✓ | ✓ |
| K | | | | | | | | | | | ✓ |

Figura 4.5 – Exemplo da folha de relatório do ficheiro Excel.

3. Folha de informação

Todas as folhas com exceção da de informação dos fornecedores foram bloqueadas por palavra passe, e apenas as células necessárias para introdução de informação estão desbloqueadas e sombreadas a cinzento para ajudar o utilizador. Por motivos de confidencialidade e devido à diversidade de informações que existem para cada um dos tipos de fornecedores existentes estas folhas não serão apresentadas.

4. Folha de aprovação

Todos os tipos de fornecedores possuem um ficheiro de gestão de fornecedores muito semelhante, com exceção da sua folha de aprovação que pode ter algumas alterações dependendo do tipo de parâmetros necessários à aprovação de cada um (uva, vinho, mosto e aguardente, produtos enológicos e materiais de sanitização).

▪ Fornecedores de uva

Na aprovação dos fornecedores de uva é exigido que os fornecedores possuam um dos seguintes pontos:

- Um sistema de produção integrada, dentro da validade;
- Realização de um inquérito anual.

Sempre que um fornecedor possua um sistema de produção integrada dentro da validade não é necessário a realização do inquérito. De forma a completar esta análise é registado se os fornecedores necessitam ou não de apoio técnico por parte da empresa. No caso dos fornecedores de uva eles próprios são os distribuidores, não sendo necessária a avaliação da empresa de distribuição.

Na folha de aprovação irá constar o nome do fornecedor, as validades do sistema de produção integrada e dos inquéritos e ainda se o fornecedor necessita ou não de apoio técnico, tal como se pode observar na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos fornecedores de uva.

| Fornecedores | Sistema de produção integrada | Inquérito | Apoio técnico |
|--------------|-------------------------------|-----------|---------------|
| A | 30/09/19 | set/20 | |
| B | - | jul/19 | |
| C | Val. em falta | jul/19 | |
| D | 09/05/20 | jul/19 | |
| E | - | jul/19 | ✓ |
| F | 13/08/20 | jul/19 | |
| G | - | jun/19 | |

Sempre que houver a informação que o fornecedor possui um sistema de produção integrada, mas não existir nenhuma informação sobre a sua data de validade será retribuída a mensagem de que o valor está em falta. De forma a alertar o utilizador sobre as validades, quer do sistema de produção integrada, quer dos inquéritos, foram criados dois tipos de alarmes, um vermelho quando as validades expiram e

um amarelo quando faltam 3 meses para expirar. Ao contrário do sistema de produção integrada, a data que aparece no campo dos inquéritos não é a sua data de validade, mas sim a data da sua realização, que lhe atribui uma validade de um ano.

▪ **Fornecedores de vinho, mosto e aguardente, produtos enológicos e sanitização**

Para a aprovação dos fornecedores de produtos enológicos, de sanitização e de vinho, mosto e aguardente é necessário que os mesmos possuam uma das seguintes opções:

- Uma certificação GFSI;
- Inquéritos e exercícios de rastreabilidade.

Na folha de aprovação irá constar o nome do fornecedor, as validades das suas certificações, dos inquéritos e exercícios de rastreabilidade e ainda a data da última compra efetuada ao fornecedor. tal como se pode observar na Tabela 4.7. Sempre que um fornecedor possua certificação GFSI, neste caso FSSC 22000, dentro da validade não é necessário a realização de inquéritos ou exercícios de rastreabilidade.

Tabela 4.8 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos fornecedores de vinho, mosto e aguardente.

| Fornecedores | Certificações | | | | Inquérito | Exercício de rastreabilidade | Última compra |
|--------------|---------------|-----------|---------------|--------------------|-----------|------------------------------|---------------|
| | ISO 9001 | ISO 22000 | FSSC 22000 | Outra certificação | | | |
| A | Val. em falta | | 22/07/19 | | N/A | N/A | 2017 |
| B | 26/09/17 | | | | 12/10/16 | 01/10/16 | 2019 |
| C | 11/09/19 | | 11/09/19 | | N/A | N/A | 2017 |
| D | 02/09/20 | | 20/11/20 | | N/A | N/A | 2019 |
| E | | | | 16/07/18 | 08/08/17 | 08/08/17 | 2018 |
| F | Val. em falta | | Val. em falta | 01/03/19 | N/A | N/A | 2019 |

Sempre que houver a informação que o fornecedor possui uma certificação, mas não existir nenhuma informação sobre a sua data de validade será retribuída a mensagem de que o valor está em falta. De forma a alertar o utilizador sobre as validades, quer das certificações quer dos inquéritos, foram criados dois tipos de alarmes, um vermelho quando as validades expiram e um amarelo quando faltam 3 meses para expirar. Ao contrário das certificações, a data que aparece no campo dos inquéritos não é a sua data de validade, mas sim a data da sua realização que lhe atribui uma validade de três anos.

▪ **Produtos enológicos e produtos de sanitização**

No caso dos produtos enológicos e de sanitização não é suficiente apenas a aprovação dos seus fornecedores, é necessário aprovar também os produtos adquiridos pela empresa através de cada um. Para isso todos os produtos enológicos devem ter associados uma ficha técnica e uma ficha de segurança atualizadas.

Na folha de aprovação de produtos enológicos irá constar o tipo de produto, o nome do produto, o nome do fabricante, o nome do distribuidor e ainda as validades das respetivas fichas técnicas e de segurança, tal como se pode verificar em seguida na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Exemplo da tabela presente na folha de aprovação dos produtos enológicos.

| Tipo | Produto | Fabricante | Distribuidor | Ficha técnica | Ficha de segurança |
|--------------|---------|------------|--------------|---------------|--------------------|
| Leveduras | A | I | L | 12/11/18 | 12/11/18 |
| Clarificante | B | J | L | 12/11/18 | Val. em falta |
| Enzima | C | K | L | 12/11/18 | 12/11/18 |
| Enzima | D | K | L | 12/11/18 | 12/11/18 |
| Enzima | E | K | L | 12/11/18 | 12/11/18 |
| Clarificante | F | K | M | 12/11/18 | 12/11/18 |

Há semelhança das folhas descritas anteriormente as datas das fichas técnicas e das fichas de segurança, estão sujeitas a alarmes quando existem valores em falta, quando faltam 3 meses ou menos para o final da validade ou quando estejam expiradas. As datas que aparecem associadas às fichas técnicas e de segurança não são as suas datas de validade, mas sim as datas da sua atualização o que lhes atribui uma validade de três anos.

5. Folha de avaliação

Na aprovação dos fornecedores de qualquer tipo de produto é necessário realizar:

- Uma análise do histórico dos anos anteriores do fornecedor com a empresa, classificando-o como favorável ou não favorável. É considerado “favorável” quando não existem não conformidades por resolver e “não favorável” se houver uma ou mais não conformidades por resolver no final do ano, ficando sujeito à aplicação de ações corretivas e no limite pode deixar de ser fornecedor.
- Uma avaliação, de 1 a 5, tendo em conta o cumprimento dos requisitos acordados, dos prazos acordados e a disponibilidade manifestada.

Para poder ser aprovado o fornecedor tem de ser considerado favorável, e ter uma avaliação superior a 3. Na Tabela 4.10 encontra-se um exemplo da folha de avaliação de fornecedores onde se encontra a classificação do histórico com a empresa e a sua avaliação.

Tabela 4.10 – Exemplo da tabela presente na folha de avaliação de fornecedores.

| Fornecedores | Histórico c/ JMF | Avaliação | | | | |
|--------------|------------------|-----------|---|---|---|---|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| A | Favorável | | | | x | |
| B | Favorável | | | | | |
| C | Favorável | | | | x | |
| D | Favorável | | | x | | |
| E | Favorável | | | | x | |
| F | Favorável | | | | | |
| G | Favorável | | | | x | |
| H | Favorável | | | x | | |
| I | Favorável | | | x | | |

6. Folha de contactos

A folha de contactos não sofreu qualquer alteração a nível da sua constituição, mas passou a ser preenchida automaticamente com a informação presente na folha onde está toda a informação associada com os fornecedores. É constituída por duas colunas, uma com a identificação dos fornecedores e outra com o contacto dos mesmos. Quando não exista informação sobre o contacto do fornecedores a mesma é preenchida pelo símbolo “-”.

Tabela 4.11 – Exemplo da tabela presente na folha de contactos.

| Fornecedores | Contacto |
|--------------|-------------|
| A | - |
| B | info@B.pt |
| C | - |
| D | - |
| E | - |
| F | geral@F.com |

4.2.2. Análise de risco das folhas de gestão de fornecedores

Na Tabela 4.12 encontra-se a análise de risco associada à utilização das folhas originais usadas pela empresa e de seguida na Tabela 4.13 estão descritas as ações recomendadas e tomadas de forma a reduzir o risco associado a cada tarefa, assim como o nível risco das novas folhas com as medidas corretivas implementadas, permitindo assim concluir se houve melhorias ou não relativamente às folhas iniciais. É importante salientar que ambas as tabelas apresentadas foram preenchidas com base no conhecimento prático dos utilizadores.

Tabela 4.12 – Análise de risco (FMEA) - folhas de cálculos originais.

| | Tarefa | Modo Potencial de Falha | Efeito Potencial da Falha | (G) | (P) | (R) | Classificação |
|---|---|---|--|-----|-----|-----|---------------------|
| 1 | Modificação das folhas de cálculo por um utilizador sem experiência ou conhecimento suficiente. | Maior probabilidade de manuseamento incorreto da folha de cálculo. | Indução em erro de um fornecedor estar ou não aprovado. Possível adulteração de dados/fórmulas. | 5 | 3 | 15 | Muito significativo |
| 2 | Atualização de dados sobre os fornecedores. | Introdução de dados no local incorreto, ou modificação de algo incorreto nas restantes folhas de cálculo. | Indução em erro de um fornecedor estar aprovado ou não. Possível adulteração de dados. | 4 | 3 | 12 | Muito significativo |
| 3 | Consulta da validade das certificações dos fornecedores. | Má leitura das datas expiradas, datas inspeccionadas visualmente e cálculo da sua validade realizado mentalmente. | Não deteção de um fornecedor com certificado expirado. | 5 | 3 | 15 | Muito significativo |
| 4 | Consulta da validade dos inquéritos dos fornecedores que os necessitem. | | Não deteção de um fornecedor com inquérito expirado. | 5 | 3 | 15 | Muito significativo |
| 5 | Consulta da validade dos exercícios de rastreabilidade dos fornecedores que os necessitem. | | Não deteção de um fornecedor com exercício de rastreabilidade expirado. | 5 | 3 | 15 | Muito significativo |
| 6 | Consulta da validade dos sistemas de produção integrada para os fornecedores de uva. | | Não deteção de um fornecedor com o sistema de produção integrada expirado. | 5 | 3 | 15 | Muito significativo |
| 7 | Verificação de dados em falta. | Não deteção de alguns dos dados em falta. | Não aprovação de fornecedores devido à falta de validades das certificações, exercícios de rastreabilidade ou inquéritos. | 4 | 2 | 8 | Significativo |
| 8 | Verificação de fornecedores aprovados. | Elevada quantidade de informação analisada manualmente. | Não deteção de um fornecedor com certificados, inquéritos ou exercícios de rastreabilidade expirados ou quase a expirar. Falsa aprovação/rejeição de um fornecedor. | 4 | 2 | 8 | Significativo |
| 9 | Consulta de contactos | Não contactar o fornecedor pretendido. | Atraso na resolução do motivo pelo qual o contacto foi realizado. | 4 | 1 | 4 | Não significativo |

Tabela 4.13 - Análise de risco (FMEA) - folhas de cálculos eletrônicas depois da aplicação das ações de melhoria.

| | Ações recomendadas | Ações tomadas | (G) | (P) | (R) | Classificação |
|----------|---|---|------------|------------|------------|----------------------|
| 1 | Implementação de medidas de segurança, de forma a limitar o acesso a utilizadores autorizados e com formação. | Implementação das funcionalidades do Microsoft Excel, de modo a que para edição das folhas de cálculo seja necessária uma palavra-passe. | 5 | 1 | 5 | Não significativo |
| 2 | Melhorar a interface de forma a que as zonas de atualização estejam assinaladas e tudo o resto não seja editável. | Divisão da interface, criando uma única página para introdução de dados e tornando automática a criação do relatório da informação que é introduzida. Proteção de todas as folhas, exceto a de introdução de dados, e de todas as células que não são necessárias à introdução de dados. | 4 | 1 | 4 | Não significativo |
| 3 | Implementação de avisos na folha de cálculo sobre a validade das certificações. | Implementação de alarmes, recorrendo à ferramenta de formatação condicional do Microsoft Excel, quando a validade das certificações expirar ou faltar 3 meses para o fim da mesma. Introdução de uma folha de cálculo em formato de relatório com avisos sobre as validades. | 5 | 1 | 5 | Não significativo |
| 4 | Implementação de avisos na folha de cálculo sobre a validade dos inquéritos. | Implementação de alarmes, recorrendo à ferramenta de formatação condicional do Microsoft Excel, quando a validade dos inquéritos expirar ou faltar 3 meses para o fim da mesma. Introdução de uma folha de cálculo em formato de relatório com avisos sobre as validades. | 5 | 1 | 5 | Não significativo |
| 5 | Implementação de avisos na folha de cálculo sobre a validade dos exercícios de rastreabilidade. | Implementação de alarmes, recorrendo à ferramenta de formatação condicional do Microsoft Excel, quando a validade dos exercícios de rastreabilidade expirar ou faltar 3 meses para o fim da mesma. Introdução de uma folha de cálculo em formato de relatório com avisos sobre as validades. | 5 | 1 | 5 | Não significativo |
| 6 | Implementação de avisos na folha de cálculo sobre a validade dos sistemas de produção integrada. | Implementação de alarmes, recorrendo à ferramenta de formatação condicional do Microsoft Excel, quando a validade dos sistemas de produção integrada expirar ou faltar 3 meses para o fim da mesma. Introdução de uma folha de cálculo em formato de relatório com avisos sobre as validades. | 5 | 1 | 5 | Não significativo |
| 7 | Implementação de avisos sempre que um dado esteja em falta. | Implementação de avisos na interface na folha de aprovação de fornecedores, em que sempre que uma validade esteja em falta a mesma retribui-nos um aviso a vermelho: "Val. em falta". | 4 | 1 | 4 | Não significativo |
| 8 | Implementação de uma análise automática de todas as datas e informações necessárias à aprovação de um fornecedor. | Introdução de uma nova folha de cálculo com formato de relatório que nos avisa de todos os fornecedores aprovados ou não e de todas as suas datas, em vias de expirar, expiradas ou em falta. | 4 | 1 | 4 | Não significativo |

Após a realização da análise de risco às folhas de cálculo da empresa, é possível observar quais são as ações executadas nas folhas de cálculo que, quando realizadas de forma defeituosa, podem ter efeitos significativos de forma negativa no processo de aprovação de fornecedores. Através da classificação da gravidade e probabilidade associada, é possível verificar quais são os modos de falha que requerem mais atenção, ou seja, que têm um nível de risco mais elevado. Apesar das várias vantagens provenientes deste método, este tem uma grande desvantagem, pois permite a existência de valores de NR iguais para diferentes níveis de G e P, considerando as implicações provenientes idênticas. Por exemplo, considerando uma falha com $G=1$ e $P=4$ e outra e que $G=2$ e $P=2$, ambos possuem um nível de risco de 4, no entanto observando as tabelas de descrição dos índices de probabilidade e gravidade, é possível observar que a primeira falha tem efeito quase inexistente, embora aconteça com bastante frequência. A segunda falha ocorre com menos frequência, mas já provoca algumas consequências no processo de aprovação dos fornecedores. Pelo que sempre que se verifique o mesmo nível de risco, deve ser tido em atenção o respetivo índice de probabilidade e gravidade associado, de modo a permitir uma melhor perceção dos riscos envolvidos.

Após a análise de risco FMEA realizada às folhas de cálculo da empresa detetaram-se seis ações executadas que foram classificadas como “muito significativas”, três como “significativas” e uma como “não significativa”. As ações classificadas como “muito significativas” e “significativas” correspondem a ações que envolvem alterações das folhas de cálculo por um utilizador sem experiência ou conhecimento adequado sobre a utilização das mesmas, consulta de dados e de validades e a verificação de toda a informação necessária à aprovação de um fornecedor. De forma a mitigar os riscos associados a estas ações: as folhas de cálculo passaram a ser protegidas por palavras-passe, foi criada uma folha de cálculo onde é introduzida toda a informação necessária ao preenchimento automático de todas as outras, foram criados alarmes recorrendo à formatação condicional que avisam o utilizador quando alguma certificação, questionário ou exercício de rastreabilidade expirou ou quando faltam 3 meses para expirar e foi ainda introduzida uma folha de relatório que nos avisa de todos os fornecedores aprovados ou não e de todas as suas datas, em vias de expirar, expiradas ou em falta permitindo uma visão geral de toda a informação que se encontra dispersa pelo ficheiro. Após aplicadas todas as ações de melhoria verificou-se que todos os riscos classificados anteriormente como “muito significativas” e “significativas” foram corretamente mitigados passando todos a ser classificados como “não significativos”, possibilitando assim uma gestão de fornecedores mais eficaz e segura, facilitando todo o processo de aprovação associado aos mesmos.

Pode observar-se que após implementadas as ações de melhoria, o nível de gravidade não alterou, mas a probabilidade de ocorrência diminuiu significativamente, o que pode ser confirmado pelos níveis de riscos associados a cada modo de falha antes e depois das medidas serem implementadas.

5. Conclusão e trabalho futuro

Ao longo desta dissertação, procedeu-se à comparação do referencial BRC *Food Safety* versão 7 com a versão 8, verificando-se que as principais alterações se focavam na área de comprometimento de gestão e melhoria contínua, na aprovação de fornecedores e monitorização, no controlo de contaminações físicas e na higiene, manutenção e controlo do produto e do processo. A empresa já possuía a certificação pelo referencial BRC versão 8 antes do início do período de estágio, mas apresentava alguns pontos de melhoria nos campos da atualização da versão 7 para a versão 8, quer a nível das análises de tendências quer a nível da gestão eficaz de fornecedores.

Através da análise de tendências aos contaminantes do vinho é possível verificar que o sistema de segurança alimentar para a mitigação de riscos associados aos mesmos está corretamente implementado, visto que, todos os teores dos contaminantes desde 2016 a 2019 encontraram-se abaixo do limite de quantificação legal. A preocupação da empresa a nível das análises de tendências focou-se nos vinhos em que existe maior decréscimo dos níveis de SO₂, pois é necessário mantê-lo num nível ideal de modo a garantir a conservação do vinho. Após a realização de uma análise estatística aos valores médios da variação do SO₂ na passagem da cuba para o produto acabado nos vinhos Rosé A, Tinto B, Tinto C, Branco D e Branco E, foi possível concluir que o maior decréscimo ocorre no vinho Tinto B, seguindo-se o vinho Tinto C e Branco D que não possuem diferenças significativas entre si, e por último os vinhos Rosé A e Branco E que também não apresentam diferenças significativas.

Todas estas variações podem ser acentuadas devido a fatores relacionados com a linha de engarrafamento, com o tipo de engarrafamento realizado, a velocidade com que decorre o engarrafamento, a distância percorrida pelo mesmo em função da linha de engarrafamento utilizada e ainda devido a avarias que obriguem à paragem do processo de engarrafamento aumentando o seu tempo de exposição com o ar. Outra situação em que pode ocorrer o contacto com o ar ocorre quando as cubas não são aprovadas com a sua capacidade máxima. O tipo de vinho é também outro dos fatores que pode influenciar a variação do teor de SO₂, pois os vinhos com maior composição fenólica (vinhos tintos) demonstraram ter valores de variação mais elevados o que pode ser justificado pelo facto do SO₂ na presença de taninos ter mais tendência a combinar-se. Por último deve-se ter também em conta a possibilidade da existência de erros analíticos durante as análises químicas.

De forma a garantir a gestão eficaz de fornecedores realizou-se uma análise de risco, FMEA, às folhas de cálculo utilizadas pela empresa e às mesmas depois de terem sido implementadas as medidas de

melhoria. Registaram-se dez tipos de ações executadas nas folhas de cálculo, seis classificadas como “muito significativas”, três como “significativas” e uma como “não significativa”. As ações classificadas como “muito significativas” e “significativas” correspondem a ações que envolvem alterações das folhas de cálculo por um utilizador sem experiência ou conhecimento adequado sobre a utilização das mesmas, consulta de dados e de validades e a verificação de toda a informação necessária à aprovação de um fornecedor. As principais ações implementadas de forma a mitigar os riscos encontrados foram a proteção das folhas de cálculo por palavras-passe, criação de uma folha de cálculo onde é introduzida toda a informação necessária ao preenchimento automático de todas as outras, criação de alarmes recorrendo à função de formatação condicional e a introdução de uma folha de relatório que nos avisa de todos os fornecedores aprovados ou não e de todas as suas datas, em vias de expirar, expiradas ou em falta, permitindo uma visão geral de toda a informação que se encontra dispersa pelo ficheiro. Após aplicadas todas as ações de melhoria todos os riscos classificados anteriormente como “muito significativos” e “significativos” passaram a ser classificados como “não significativos”. Esta análise permitiu verificar que o nível de risco associado à utilização das folhas de cálculo reduziu significativamente, concluindo-se assim que o objetivo desta dissertação foi conseguido, visto que, foi desenvolvido uma interface mais eficaz para a gestão de fornecedores.

Algumas hipóteses de trabalho futuro são as seguintes:

- Com todas as evoluções associadas à conservação de alimentos começam a surgir algumas alternativas que demonstram resultados bastante promissores. Podemos por exemplo, citar o método ultravioleta, que por ser dispendioso, precisa de ser otimizado, mas permite obter vinhos com as propriedades organoléticas do vinho conservado com sulfitos ou suficientemente semelhantes. Seria assim interessante fazer alguns testes para analisar como reagiriam os vinhos da empresa a este tratamento à escala piloto a nível de todas as suas propriedades organoléticas, da eficácia da conservação, do impacto que teria, por exemplo, no seu tempo de prateleira e da sua viabilidade à escala industrial.
- Análise pormenorizada do efeito de alguns fatores na variação do SO₂ na passagem da cuba para o produto acabado, como o contacto com o ar, a velocidade de engarrafamento e o tipo de vinho quando engarrafado na mesma linha.
- Implementação de uma interface que funcione de forma automática em conjunto com a base de dados dos registos das análises laboratoriais para criar uma análise de tendências de todos os contaminantes, incluindo a variação dos níveis de SO₂ nos diferentes tipos de vinho. Permitindo assim uma análise atualizada depois de cada produção e a possibilidade de comparação dos valores obtidos com as análises anteriores dos respetivos vinhos.

Referências bibliográficas

- [1] Parlamento e Conselho Europeu, «Regulamento (CE) N.º 852/2004», *J. Of. da União Eur.*, vol. 2002, pp. 139–193, 2004.
- [2] «História - Empresa - José Maria da Fonseca». <https://www.jmf.pt/index.php?id=90> (acedido Mar. 28, 2020).
- [3] BRC, «*Global Standard Food Safety - Issue 8*». 2018.
- [4] Foodchain ID, «Preparing for BRC Food Safety issue 8», n. 8, 2018.
- [5] BRC Global Standars, «GLOBAL STANDARD FOOD SAFETY ISSUE 8 GUIDE TO KEY», 2018.
- [6] «BRC Food Safety Issue 8—Key Changes & Timeline | Integrity Blog by Intact». <https://blog.intact-systems.com/brc-food-safety-issue-8-key-changes-timeline/> (acedido Abr. 01, 2020).
- [7] «Vantagens e Desvantagens do HACCP | segalimentar». <https://esfranciscofranco.wixsite.com/segalimentar/vantagens-e-desvantagens-do-haccp> (acedido Mar. 28, 2020).
- [8] A. J. Whitehead e G. Orriss, «Food safety through HACCP - The FAO approach». <http://www.fao.org/3/v9723t/v9723t0e.htm> (acedido Mar. 29, 2020).
- [9] EPRALIMA, «Sistema HACCP - Noções Básicas», *Confap*, p. 15, 2014.
- [10] ASAE, «HACCP». <https://www.asae.gov.pt/seguranca-alimentar/haccp.aspx> (acedido Mar. 29, 2020).
- [11] FAO/WHO Food standards, «FAO/WHO Standards - Codex Alimentarius Versão Portuguesa - CAC/RCP 1-1969 Rev. 4 - 2003», vol. 1, p. 56, 2003.
- [12] D. D. Pascal Ribéreau-Gayon, Y. Glories, A. Maujean, «*Handbook of Enology, The Chemistry of Wine: Stabilization and Treatments*», vol. 11, n. 3. Wiley, 2006.
- [13] «A maceração da uva | Revista». <http://revista.sociedadedamesa.com.br/2017/07/macerao-da-uva/> (acedido Mar. 31, 2020).
- [14] A. S. Curvelo-Garcia e P. Barros, «*Controlo de Qualidade dos Vinhos - Química Enológica . Métodos Analíticos*». 2015.
- [15] C. Delfini e J. V. Formica, «*Wine Microbiology: Science and Technology*». 2001.
- [16] P. Ribéreau-Gayon, D. Dubourdieu, B. Donèche, e A. Lonvaud, «*Conditions of Yeast*

- Development*», vol. 1. 2006.
- [17] M. T. Lisanti, G. Blaiotta, C. Nioi, e L. Moio, «Alternative Methods to SO₂ for Microbiological Stabilization of Wine», *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.*, vol. 18, n. 2, pp. 455–479, 2019.
- [18] D. M. Favero, C. da S. G. Ribeiro, e A. D. de Aquino, «Sulfitos: importância na indústria alimentícia e seus possíveis malefícios à população», *Segurança Aliment. e Nutr.*, vol. 18, n. 1, p. 11, 2015.
- [19] International Organisation of Vine and Wine, «COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS - Sulfur dioxide», 2009.
- [20] «Instituto da Vinha e do Vinho // Portugal», *Parametros analíticos do vinho*. <https://www.ivv.gov.pt/np4/89/> (acedido Mar. 29, 2020).
- [21] H. K. Yildirim, «Alternative Methods of Sulfur Dioxide Used in Wine Production», n. i, pp. 675–687, 2020.
- [22] F. Matias, A. F. Pinto, I. Torgal, M. Alves, J. Grácio, e and H. Mira, «The Ultraviolet radiation (UV-C) for the microbiological stabilization of red wine», *BIO Web Conf.*, vol. 7, n. 606, p. 02013, 2016.
- [23] M. Alves, J. Grácio, M. Simões, e H. Mira, «Utilização de radiação Ultravioleta (UV-C) como tecnologia alternativa aos sulfitos para a estabilização microbiológica de vinho tinto – Resultados prévios», *Rev. Ciências Agrárias*, vol. 40, n. SP, pp. S187–S194, 2017.
- [24] R. Junqua, E. Vinsonneau, e R. Ghidossi, «Microbial stabilization of grape musts and wines using coiled UV-C reactor», *OENO One*, vol. 54, n. 1, pp. 109–121, 2020.
- [25] S. Catarino, A. S. CURVELO-GARCIA, e R. BRUNO DE SOUSA, «Elementos contaminantes no vinho», p. 3, 2008.
- [26] B. Tariba, «Metals in wine - Impact on wine quality and health outcomes», *Biol. Trace Elem. Res.*, vol. 144, n. 1–3, pp. 143–156, 2011.
- [27] M. Jaishankar, T. Tseten, N. Anbalagan, B. B. Mathew, e K. N. Beeregowda, «Toxicity, mechanism and health effects of some heavy metals», *Interdiscip. Toxicol.*, vol. 7, n. 2, pp. 60–72, 2014.
- [28] G.-D. Dumitriu (Gabur), C. Teodosiu, I. Morosanu, O. Jitar, e V. V. Cotea, «Quantification of toxic metals during different winemaking stages», *BIO Web Conf.*, vol. 15, p. 02024, 2019.
- [29] D. D'Agostini e C. E. Daudt, «Presença de Cádmio em mostos e vinhos», *Ciência Rural*, vol. 27, n. 1, pp. 145–149, 1997.
- [30] International organisation of vine and Wine, «COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS» *volume 2*. 2019.
- [31] S. C. G. Catarino, «Dissertação de Mestrado em Viticultura e Enologia: A ocorrência de chumbo e cádmio em vinhos», 2000.
- [32] C. A. da Costa, M. do C. Godinho, E. Figueiredo, e A. Mexia, «Impacto das práticas agrícolas e do uso de pesticidas em proteção integrada, agricultura biológica e agricultura convencional, em vinha e pomóideas», *Rev. Ciências Agrárias*, vol. 40, pp. S095-S102, 2017.
- [33] «Produção integrada». <https://www.dgadr.gov.pt/sustentavel/producao-integrada> (acedido Out. 30, 2020).

- [34] K. Hayakawa, Y. Y. Linko, e P. Linko, «Mechanism and control of food allergy», *LWT - Food Sci. Technol.*, vol. 32, n. 1, pp. 1–11, 1999.
- [35] L. Fu, B. L. Cherayil, H. Shi, Y. Wang, e Y. Zhu, «Food Allergy FOOD ALLERGY», vol. 20, n. 4, p. 216, 2019.
- [36] P. Restani *et al.*, «Collaborative Interlaboratory Studies for the Validation of ELISA Methods for the Detection of Allergenic Fining Agents Used in Wine According to the Criteria of OIV Resolution 427-2010 Modified by OIV-Comex 502-2012», *Food Anal. Methods*, vol. 7, n. 3, pp. 706–712, 2014.
- [37] European Commission, «Directive 2000/13/EC on the approximation of the laws of the Member States relating to the labelling, presentation and advertising of foodstuffs», *Off. J. Eur. Union*, vol. 109, n. 16, pp. 29–42, 2000.
- [38] International Organisation of Vine and Wine, «Code of Good Fining Practices for Wine To Be Applied in the Use of Proteinaceous Wine: Fining Agents With Allergenic Potential (Casein and Egg White)», pp. 1–6, 2014.
- [39] P. Ribéreau-Gayon, D. Dubourdieu, B. Donèche, e A. Lonvaud, «*Handbook of Enology: The Microbiology of Wine and Vinifications*», vol. 1. 2006.
- [40] European Food Safety Authority (EFSA), «Scientific Opinion on the risk for public health related to the presence of mercury and methylmercury in food», *EFSA J.*, vol. 10, n. 12, 2012.
- [41] International Organisation of Vine and Wine, «Egg (Albumin)», pp. 9–11, 2000.
- [42] K. Liburdi, I. Benucci, e M. Esti, «Lysozyme in Wine: An Overview of Current and Future Applications», *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.*, vol. 13, n. 5, pp. 1062–1073, 2014.
- [43] Y. C. Gao, G. Zhang, S. Krentz, S. Darius, J. Power, e G. Lagarde, «Inhibition of spoilage lactic acid bacteria by lysozyme during wine alcoholic fermentation», *Aust. J. Grape Wine Res.*, vol. 8, n. 1, pp. 76–83, 2002.
- [44] A. M. Titoiu, R. Porumb, P. Fanjul-Bolado, P. Epure, M. Zamfir, e A. Vasilescu, «Detection of Allergenic Lysozyme during Winemaking with an Electrochemical Aptasensor», *Electroanalysis*, vol. 31, n. 11, pp. 2262–2273, 2019.
- [45] L. Freire *et al.*, «From grape to wine: Fate of ochratoxin A during red, rose, and white winemaking process and the presence of ochratoxin derivatives in the final products», *Food Control*, vol. 113, 2020.
- [46] C. Jiang, J. Shi, Y. Cheng, e Y. Liu, «Effect of *Aspergillus carbonarius* amounts on winemaking and ochratoxin A contamination», *Food Control*, vol. 40, n. 1, pp. 85–92, 2014.
- [47] J. Gil-Serna, C. Vázquez, M. González-Jaén, e B. Patiño, «Wine Contamination with Ochratoxins: A Review», *Beverages*, vol. 4, n. 1, p. 6, 2018.
- [48] Reg. n°1881/2006, «Regulamento (CE) n° 1881/2006 da Comissão de 19 de Dezembro de 2006 que fixa os valores máximos de certos contaminantes presentes em géneros alimentícios», *J. Of. da União Eur.*, vol. 2006, n. 8, p. L 364/5-L 364/24, 2006.
- [49] B. Carneiro, «Preservação de mostos de uvas brancas : alternativas ao dióxido de enxofre», 2015.
- [50] P. Battilani, A. Pietri, e A. Logrieco, «*Risk assessment and management in practice: ochratoxin*

- in grapes and wine*». Woodhead Publishing Ltd, 2004.
- [51] R. Ertan Anli, N. Vural, e M. Bayram, «Removal of ochratoxin A (OTA) from naturally contaminated wines during the vinification process», *J. Inst. Brew.*, vol. 117, n. 3, pp. 456–461, 2011.
- [52] B. Dachery, F. F. Veras, L. Dal Magro, V. Manfroi, e J. E. Welke, «Exposure risk assessment to ochratoxin A through consumption of juice and wine considering the effect of steam extraction time and vinification stages», *Food Chem. Toxicol.*, vol. 109, pp. 237–244, 2017.
- [53] T. li, «Measuring ochratoxine A in wine after going through an immunoaffinity column and HPLC with fluorescence detection», pp. 1–12, 2011.
- [54] M. M. Mendes *et al.*, «Riscos e Alimentos Alimentação e Gravidez», *Riscos e Aliment.*, vol. 10, 2015.
- [55] A. Sánchez-Martín *et al.*, «Adulteración de leches infantiles con melamina en China», *Gac. Médica Bilbao*, vol. 115, n. 3, pp. 123–131, 2018.
- [56] Y. C. Tyan, M. H. Yang, S. Bin Jong, C. K. Wang, e J. Shiea, «Melamine contamination», *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 395, n. 3, pp. 729–735, 2009.
- [57]. P Escobar, A, Sosa, D & Ponce, «Melamina, Un problema potencial para la salud animal y humana como adulterante en los alimentos con énfasis en la leche», *Rev. Salud Anim.*, vol. 32, n. 1, pp. 22–31, 2010.
- [58] European Food Safety Authority (EFSA), «Scientific Opinion on Melamine in Food and Feed», *EFSA J.*, vol. 8, n. 4, pp. 2010–2012, 2010.
- [59] N. Mohd Razali e Y. Bee Wah, «Power comparisons of Shapiro-Wilk, Kolmogorov-Smirnov, Lilliefors and Anderson-Darling tests», *J. Stat. Model. Anal.*, vol. 2, n. 1, pp. 21–33, 2011.
- [60] D. J. Sheskin, «Parametric and non parametric statistical procedures: Third edition», *Handb. Parametr. Nonparametric Stat. Proced. Third Ed.*, pp. 1–1193, 2003.
- [61] T. Van Hecke, «Power study of anova versus Kruskal-Wallis test», *J. Stat. Manag. Syst.*, vol. 15, n. 2–3, pp. 241–247, 2012.
- [62] A. P. Subriadi e N. F. Najwa, «The consistency analysis of failure mode and effect analysis (FMEA) in information technology risk assessment», *Heliyon*, vol. 6, n. 1, p. e03161, 2020.
- [63] Addinsoft (2020), «XLSTAT statistical and data analysis solution», *New York, USA*.
- [64] J. VALLADARESS NETO, C. B. dos SANTOS, E. M. TORRES, e C. ESTRELA, «Boxplot: Um recurso gráfico para a análise e interpretação de dados quantitativos», *Rev. Odontol. Bras.*, vol. 26, n. 76, pp. 1–6, 2017.
- [65] E. Dimkou, M. Ugliano, J. B. Diéval, S. Vidal, e R. Jung, «Impact of dissolved oxygen at bottling on sulfur dioxide and sensory properties of a riesling wine», *Am. J. Enol. Vitic.*, vol. 64, n. 3, pp. 325–332, 2013.
- [66] E. Dimkou *et al.*, «Impact of headspace oxygen and closure on sulfur dioxide, color, and hydrogen sulfide levels in a Riesling wine», *Am. J. Enol. Vitic.*, vol. 62, n. 3, pp. 261–269, 2011.
- [67] «Produção e Fermentação, linhas gerais | Clube de Vinhos Portugueses». <https://www.clubevinhosportugueses.pt/vinhos/producao-e-fermentacao-linhas-gerais/> (acedido Mar. 31, 2020).

Apêndice A – Registos analíticos dos vinhos analisados

Os valores de SO₂ dos vinhos referidos na tabela A.1, utilizados na análise de tendências da variação da cuba para o produto acabado encontram-se nas tabelas A.4 a A.8. Na tabela A.2 e A.3 encontram-se as estatísticas descritivas de cada um dos vinhos analisados.

Tabela A. 1 - Vinhos analisados e respetivas abreviaturas.

Por questões de confidencialidade esta tabela foi retirada.

Tabela A. 2 - Estatísticas descritivas das variações de SO₂ livre.

| | N | Mínimo | Máximo | Média | Desvio padrão |
|-----------------|----------|---------------|---------------|--------------|----------------------|
| Rosé A | 94 | -8 | 17 | 2,85 | 4,97 |
| Tinto B | 74 | 2 | 25 | 12,72 | 4,05 |
| Tinto C | 34 | 4 | 18 | 9,94 | 3,68 |
| Branco D | 26 | -1 | 13 | 7,88 | 2,79 |
| Branco E | 22 | 0 | 10 | 3,91 | 3,16 |

Tabela A. 3 - Estatísticas descritivas das variações de SO₂ total.

| | N | Mínimo | Máximo | Média | Desvio padrão |
|-----------------|----------|---------------|---------------|--------------|----------------------|
| Rosé A | 94 | -20 | 32 | 2,91 | 11,28 |
| Tinto B | 74 | -20 | 32 | 3,80 | 12,53 |
| Tinto C | 34 | -19 | 26 | 3,88 | 8,95 |
| Branco D | 26 | -26 | 20 | 0,58 | 11,88 |
| Branco E | 22 | -19 | 19 | 2,77 | 11,93 |

Tabela A. 4 - Folha de registo analítico do vinho Rosé A 0,75 lt de 2019/2020.

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G01 | 930501C | 30-out-19 | 31-out-19 | 44 | 141 | 36 | 141 | 8 | 0 | 1 | 73 | 2,94 |
| G01 | 933901C | 3-dez-19 | 4-dez-19 | 44 | 154 | 43 | 160 | 1 | -6 | 1 | 70,5 | 2,97 |
| G01 | 009001C | 27-mar-20 | 30-mar-20 | 51 | 154 | 51 | 147 | 0 | 7 | 3 | 66 | 3,13 |
| G01 | 016801C | 15-jun-20 | 15-jun-20 | 54 | 141 | 51 | 141 | 3 | 0 | 0 | 55 | 3,12 |
| G01 | 017101C | 19-jun-20 | 19-jun-20 | 47 | 141 | 47 | 141 | 0 | 0 | 0 | 65 | 3,14 |
| G02 | 930502C | 30-out-19 | 31-out-19 | 49 | 134 | 40 | 141 | 9 | -7 | 1 | 70 | 2,94 |
| G02 | 931202C | 6-nov-19 | 7-nov-19 | 37 | 134 | 29 | 134 | 8 | 0 | 1 | 72 | 2,97 |
| G02 | 933902C | 3-dez-19 | 4-dez-19 | 44 | 154 | 43 | 160 | 1 | -6 | 1 | 71 | 2,98 |
| G02 | 009002C | 27-mar-20 | 30-mar-20 | 51 | 147 | 51 | 141 | 0 | 6 | 3 | 66 | 3,12 |
| G02 | 018602C | 15-jun-20 | 16-jun-20 | 54 | 141 | 52 | 141 | 2 | 0 | 1 | 55 | 3,1 |
| G02 | 017102C | 19-jun-20 | 19-jun-20 | 56 | 154 | 50 | 147 | 6 | 7 | 0 | 65 | 3,13 |
| G03 | 931203C | 6-nov-19 | 7-nov-19 | 31 | 134 | 27 | 134 | 4 | 0 | 1 | 72 | 3,02 |
| G03 | 933903C | 3-dez-19 | 4-dez-19 | 58 | 160 | 43 | 154 | 15 | 6 | 1 | 66,5 | 3,11 |
| G03 | 008303C | 20-mar-20 | 23-mar-20 | 60 | 154 | 56 | 147 | 4 | 7 | 3 | 66 | 3,13 |
| G03 | 009103C | 30-mar-20 | 31-mar-20 | 55 | 154 | 51 | 147 | 4 | 7 | 1 | 65 | 3,09 |
| G04 | 914104C | 16-mai-19 | 20-mai-19 | 42 | 166 | 38 | 186 | 4 | -20 | 4 | 59 | 3,1 |
| G04 | 914304C | 21-mai-19 | 22-mai-19 | 42 | 166 | 38 | 166 | 4 | 0 | 1 | 68 | 3,08 |
| G04 | 918304C | 27-jun-19 | 1-jul-19 | 57 | 134 | 58 | 154 | -1 | -20 | 4 | 54 | 3,17 |
| G04 | 918504C | 2-jul-19 | 3-jul-19 | 46 | 192 | 49 | 166 | -3 | 26 | 1 | 77 | 3,11 |
| G04 | 924604C | 29-ago-19 | 2-set-19 | 50 | 166 | 44 | 147 | 6 | 19 | 4 | 67 | 3,11 |
| G04 | 924804C | 3-set-19 | 4-set-19 | 58 | 192 | 56 | 166 | 2 | 26 | 1 | 62 | 3,17 |
| G04 | 926204C | 17-set-19 | 18-set-19 | 54 | 166 | 56 | 160 | -2 | 6 | 1 | 61 | 3,16 |
| G04 | 929004C | 15-out-19 | 16-out-19 | 49 | 141 | 39 | 122 | 10 | 19 | 1 | 53 | 3,17 |
| G04 | 934004C | 4-dez-19 | 5-dez-19 | 42 | 154 | 44 | 147 | -2 | 7 | 1 | 68 | 2,92 |
| G04 | 002704C | 23-jan-20 | 27-jan-20 | 50 | 147 | 50 | 147 | 0 | 0 | 4 | 54 | 3,1 |
| G04 | 005104C | 19-fev-20 | 20-fev-20 | 42 | 134 | 38 | 128 | 4 | 6 | 1 | 59 | 3,05 |
| G04 | 006304C | 2-mar-20 | 3-mar-20 | 41 | 122 | 36 | 141 | 5 | -19 | 1 | 64 | 3,01 |

Tabela A. 4 - Folha de registo analítico do vinho Rosé A 0,75 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|----------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G04 | 009104C | 30-mar-20 | 31-mar-20 | 42 | 147 | 46 | 141 | -4 | 6 | 1 | 65 | 3,09 |
| G04 | 014004C | 18-mai-20 | 19-mai-20 | 50 | 141 | 50 | 141 | 0 | 0 | 1 | 56 | 3,13 |
| G04 | 016104C | 8-jun-20 | 9-jun-20 | 49 | 134 | 44 | 134 | 5 | 0 | 1 | 58 | 3,12 |
| G05 | 914105C | 15-mai-19 | 20-mai-19 | 41 | 166 | 41 | 173 | 0 | -7 | 5 | 66 | 3,13 |
| G05 | 918305C | 27-jun-19 | 1-jul-19 | 58 | 141 | 56 | 115 | 2 | 26 | 4 | 55 | 3,17 |
| G05 | 918505C | 2-jul-19 | 3-jul-19 | 45 | 154 | 46 | 160 | -1 | -6 | 1 | 72 | 3,11 |
| G05 | 919905C | 16-jul-19 | 17-jul-19 | 52 | 166 | 47 | 160 | 5 | 6 | 1 | 68 | 3,13 |
| G05 | 924605C | 29-ago-19 | 2-set-19 | 49 | 173 | 45 | 166 | 4 | 7 | 4 | 64,5 | 3,11 |
| G05 | 926205C | 17-set-19 | 18-set-19 | 58 | 154 | 42 | 128 | 16 | 26 | 1 | 52 | 3,22 |
| G05 | 929005C | 15-out-19 | 16-out-19 | 60 | 160 | 51 | 154 | 9 | 6 | 1 | 51 | 3,31 |
| G05 | 9334005C | 4-dez-19 | 5-dez-19 | 42 | 141 | 44 | 147 | -2 | -6 | 1 | 67,5 | 2,92 |
| G05 | 002705C | 23-jan-20 | 27-jan-20 | 52 | 147 | 49 | 147 | 3 | 0 | 4 | 59 | 3,18 |
| G05 | 006305C | 2-mar-20 | 3-mar-20 | 49 | 128 | 36 | 134 | 13 | -6 | 1 | 65 | 2,99 |
| G05 | 009205C | 31-mar-20 | 1-abr-20 | 47 | 154 | 52 | 141 | -5 | 13 | 1 | 68 | 3,14 |
| G05 | 014005C | 18-mai-20 | 19-mai-20 | 50 | 147 | 47 | 141 | 3 | 6 | 1 | 57 | 3,13 |
| G05 | 014105C | 18-mai-20 | 20-mai-20 | 47 | 147 | 46 | 141 | 1 | 6 | 2 | 56 | 3,12 |
| G06 | 913006C | 8-mai-19 | 9-mai-19 | 40 | 147 | 40 | 128 | 0 | 19 | 1 | 60 | 3,18 |
| G06 | 918406C | 1-jul-19 | 2-jul-19 | 45 | 154 | 50 | 160 | -5 | -6 | 1 | 65 | 3,19 |
| G06 | 919906C | 16-jul-19 | 17-jul-19 | 49 | 160 | 46 | 166 | 3 | -6 | 1 | 63 | 3,11 |
| G06 | 914606C | 29-ago-19 | 2-set-19 | 49 | 154 | 44 | 154 | 5 | 0 | 4 | 66 | 3,11 |
| G06 | 926206c | 17-set-19 | 18-set-19 | 44 | 134 | 40 | 134 | 4 | 0 | 1 | 55 | 3,19 |
| G06 | 929006C | 16-out-19 | 16-out-19 | 56 | 160 | 51 | 160 | 5 | 0 | 0 | 95 | 3,18 |
| G06 | 934006C | 4-dez-19 | 5-dez-19 | 45 | 160 | 44 | 147 | 1 | 13 | 1 | 67,5 | 2,94 |
| G06 | 002706C | 23-jan-20 | 27-jan-20 | 58 | 141 | 49 | 141 | 9 | 0 | 4 | 61 | 3,16 |
| G06 | 006306C | 2-mar-20 | 3-mar-20 | 61 | 134 | 44 | 122 | 17 | 12 | 1 | 65 | 2,97 |
| G06 | 009206C | 31-mar-20 | 1-abr-20 | 51 | 141 | 52 | 141 | -1 | 0 | 1 | 67 | 3,15 |
| G07 | 913007C | 8-mai-19 | 9-mai-19 | 45 | 128 | 38 | 115 | 7 | 13 | 1 | 62 | 3,19 |

Tabela A. 4 - Folha de registo analítico do vinho Rosé A 0,75 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G07 | 914107C | 16-mai-19 | 20-mai-19 | 44 | 160 | 49 | 173 | -5 | -13 | 4 | 68 | 3,13 |
| G07 | 914907C | 27-mai-19 | 28-mai-19 | 44 | 154 | 44 | 166 | 0 | -12 | 1 | 68 | 3,16 |
| G07 | 915007C | 28-mai-19 | 29-mai-19 | 50 | 160 | 49 | 179 | 1 | -19 | 1 | 69 | 3,07 |
| G07 | 916507C | 12-jun-19 | 13-jun-19 | 49 | 122 | 50 | 141 | -1 | -19 | 1 | 56 | 3,22 |
| G07 | 917807C | 25-jun-19 | 26-jun-19 | 57 | 154 | 50 | 134 | 7 | 20 | 1 | 59 | 3,22 |
| G07 | 918407C | 1-jul-19 | 2-jul-19 | 46 | 128 | 54 | 141 | -8 | -13 | 1 | 58 | 3,24 |
| G07 | 918607C | 3-jul-19 | 4-jul-19 | 54 | 173 | 50 | 166 | 4 | 7 | 1 | 68 | 3,08 |
| G07 | 924207C | 28-ago-19 | 29-ago-19 | 41 | 160 | 46 | 141 | -5 | 19 | 1 | 58 | 3,12 |
| G07 | 924707C | 2-set-19 | 3-set-19 | 51 | 173 | 49 | 166 | 2 | 7 | 1 | 63 | 3,14 |
| G07 | 926307C | 18-set-19 | 19-set-19 | 51 | 141 | 49 | 128 | 2 | 13 | 1 | 54 | 3,18 |
| G07 | 002307C | 22-jan-20 | 23-jan-20 | 46 | 141 | 45 | 141 | 1 | 0 | 1 | 51 | 3,11 |
| G07 | 002807C | 27-jan-20 | 28-jan-20 | 54 | 154 | 49 | 147 | 5 | 7 | 1 | 49 | 3,15 |
| G07 | 002907C | 27-jan-20 | 29-jan-20 | 54 | 154 | 49 | 147 | 5 | 7 | 2 | 49 | 3,14 |
| G07 | 006407C | 3-mar-20 | 4-mar-20 | 47 | 128 | 40 | 96 | 7 | 32 | 1 | 64 | 3,03 |
| G07 | 009407C | 31-mar-20 | 3-abr-20 | 46 | 141 | 44 | 134 | 2 | 7 | 3 | 68 | 3,17 |
| G07 | 016107C | 15-jun-20 | 15-jun-20 | 53 | 134 | 41 | 134 | 12 | 0 | 0 | 55 | 3,11 |
| G08 | 813008C | 8-mai-19 | 9-mai-19 | 40 | 141 | 44 | 141 | -4 | 0 | 1 | 61 | 3,16 |
| G08 | 914908C | 27-mai-19 | 28-mai-19 | 44 | 154 | 45 | 160 | -1 | -6 | 1 | 74 | 3,08 |
| G08 | 914308C | 21-mai-19 | 22-mai-19 | 46 | 166 | 41 | 179 | 5 | -13 | 1 | 70 | 3,06 |
| G08 | 916508C | 12-jun-19 | 13-jun-19 | 50 | 134 | 44 | 141 | 6 | -7 | 1 | 60 | 3,16 |
| G08 | 917808C | 25-jun-19 | 26-jun-19 | 49 | 128 | 54 | 128 | -5 | 0 | 1 | 56 | 3,21 |
| G08 | 918408C | 1-jul-19 | 2-jul-19 | 52 | 128 | 52 | 141 | 0 | -13 | 1 | 58 | 3,23 |
| G08 | 918608C | 3-jul-19 | 4-jul-19 | 52 | 166 | 59 | 173 | -7 | -7 | 1 | 79 | 3,06 |
| G08 | 924208C | 28-ago-19 | 29-ago-19 | 46 | 160 | 45 | 166 | 1 | -6 | 1 | 58 | 3,12 |
| G08 | 924708C | 2-set-19 | 3-set-19 | 60 | 186 | 60 | 179 | 0 | 7 | 1 | 66 | 3,18 |
| G08 | 002308C | 22-jan-20 | 23-jan-20 | 47 | 147 | 46 | 141 | 1 | 6 | 1 | 51 | 3,12 |
| G08 | 005108C | 19-fev-20 | 20-fev-20 | 42 | 128 | 47 | 141 | -5 | -13 | 1 | 58 | 3,07 |

Tabela A. 4 - Folha de registo analítico do vinho Rosé A 0,75 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G08 | 009408C | 3-abr-20 | 3-abr-20 | 47 | 128 | 44 | 134 | 3 | -6 | 0 | 69 | 3,16 |
| G08 | 009408C | 3-abr-20 | 3-abr-20 | 47 | 128 | 44 | 134 | 3 | -6 | 0 | 69 | 3,17 |
| G09 | 914309C | 21-mai-19 | 22-mai-19 | 46 | 154 | 41 | 154 | 5 | 0 | 1 | 69 | 3,05 |
| G09 | 916509C | 12-jun-19 | 13-jun-19 | 46 | 141 | 42 | 128 | 4 | 13 | 1 | 61 | 3,15 |
| G09 | 917809C | 25-jun-19 | 26-jun-19 | 53 | 134 | 54 | 147 | -1 | -13 | 1 | 48 | 3,2 |
| G09 | 918309C | 27-jun-19 | 1-jul-19 | 56 | 134 | 56 | 128 | 0 | 6 | 4 | 56 | 3,18 |
| G09 | 918609C | 3-jul-19 | 4-jul-19 | 54 | 173 | 47 | 154 | 7 | 19 | 1 | 71 | 3,08 |
| G09 | 924709C | 2-set-19 | 3-set-19 | 60 | 179 | 49 | 166 | 11 | 13 | 1 | 63 | 3,14 |
| G09 | 927509C | 1-out-19 | 1-out-19 | 49 | 147 | 47 | 134 | 2 | 13 | 0 | 55 | 3,14 |
| G09 | 002309C | 22-jan-20 | 23-jan-20 | 46 | 141 | 46 | 141 | 0 | 0 | 1 | 50 | 3,11 |
| G09 | 002809C | 27-jan-20 | 28-jan-20 | 51 | 154 | 47 | 141 | 4 | 13 | 1 | 50 | 3,14 |
| G09 | 005109C | 19-fev-20 | 20-fev-20 | 54 | 147 | 40 | 128 | 14 | 19 | 1 | 56 | 3,07 |
| G09 | 006409C | 3-mar-20 | 4-mar-20 | 52 | 128 | 42 | 109 | 10 | 19 | 1 | 66 | 3,04 |

Tabela A. 5 - Folha de registo analítico do vinho Tinto B 3 lt de 2019/2020.

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G14 | 905714F | 25-fev-19 | 26-fev-19 | 54 | 109 | 41 | 109 | 13 | 0 | 1 | 72 | 3,15 |
| G15 | 905815F | 26-fev-19 | 27-fev-19 | 54 | 115 | 33 | 96 | 21 | 19 | 1 | 74 | 3,17 |
| G10 | 907110F | 7-mar-19 | 11-mar-19 | 50 | 128 | 40 | 102 | 10 | 26 | 4 | 73 | 3,16 |
| G13 | 907213F | 11-mar-19 | 12-mar-19 | 50 | 109 | 41 | 102 | 9 | 7 | 1 | 76 | 3,28 |
| G13 | 907813F | 14-mar-19 | 18-mar-19 | 50 | 109 | 38 | 102 | 12 | 7 | 4 | 71 | 3,26 |
| G13 | 907913F | 19-mar-19 | 19-mar-19 | 49 | 115 | 42 | 102 | 7 | 13 | 0 | 76 | 3,25 |
| G13 | 907913F | 19-mar-19 | 19-mar-19 | 49 | 115 | 35 | 109 | 14 | 6 | 0 | 76 | 3,25 |
| G10 | 908010F | 19-mar-19 | 20-mar-19 | 49 | 115 | 36 | 122 | 13 | -7 | 1 | 76 | 3,22 |
| G11 | 908911F | 19-mar-19 | 21-mar-19 | 50 | 122 | 27 | 102 | 23 | 20 | 2 | 76 | 3,22 |
| G13 | 908113F | 19-mar-19 | 21-mar-19 | 49 | 115 | 36 | 83 | 13 | 32 | 2 | 76 | 3,22 |
| G12 | 913412F | 9-mai-19 | 13-mai-19 | 49 | 109 | 32 | 122 | 17 | -13 | 4 | 72 | 3,27 |
| G12 | 913512F | 9-mai-19 | 14-mai-19 | 49 | 109 | 33 | 96 | 16 | 13 | 5 | 75 | 3,27 |
| G11 | 913511F | 13-mai-19 | 14-mai-19 | 50 | 109 | 42 | 83 | 8 | 26 | 1 | 75 | 3,24 |
| G13 | 913613F | 14-mai-19 | 15-mai-19 | 49 | 109 | 37 | 90 | 12 | 19 | 1 | 74 | 3,24 |
| G14 | 913614F | 15-mai-19 | 15-mai-19 | 50 | 122 | 34 | 122 | 16 | 0 | 0 | 74 | 3,23 |
| G14 | 913714F | 15-mai-19 | 16-mai-19 | 50 | 122 | 38 | 115 | 12 | 7 | 1 | 77 | 3,32 |
| G11 | 916311F | 06-jun-19 | 11-jun-19 | 50 | 134 | 36 | 128 | 14 | 6 | 5 | 78 | 3,19 |
| G13 | 916513F | 12-jun-19 | 13-jun-19 | 50 | 141 | 36 | 147 | 14 | -6 | 1 | 80 | 2,98 |
| G10 | 916910F | 13-jun-19 | 17-jun-19 | 58 | 147 | 41 | 166 | 17 | -19 | 4 | 78 | 3,18 |
| G15 | 916915F | 13-jun-19 | 17-jun-19 | 58 | 147 | 47 | 134 | 11 | 13 | 4 | 72 | 3,23 |
| G12 | 916912F | 17-jun-19 | 17-jun-19 | 58 | 154 | 33 | 122 | 25 | 32 | 0 | 80 | 3,09 |
| G12 | 917612F | 19-jun-19 | 24-jun-19 | 58 | 154 | 50 | 166 | 8 | -12 | 5 | 79 | 3,21 |
| G07 | 919807F | 15-jul-19 | 16-jul-19 | 50 | 115 | 40 | 135 | 10 | -20 | 1 | 82 | 3,18 |
| G08 | 919908F | 16-jul-19 | 17-jul-19 | 50 | 147 | 38 | 134 | 12 | 13 | 1 | 82 | 3,18 |
| G09 | 920409F | 18-jul-19 | 22-jul-19 | 50 | 122 | 40 | 141 | 10 | -19 | 4 | 80 | 3,14 |

Tabela A. 6 - Folha de registo analítico do vinho Tinto B 3 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G13 | 926213F | 16-set-19 | 18-set-19 | 52 | 141 | 41 | 154 | 11 | -13 | 2 | 84 | 3,2 |
| G11 | 926311F | 17-set-19 | 19-set-19 | 60 | 173 | 49 | 179 | 11 | -6 | 2 | 81 | 3,23 |
| G14 | 926714F | 19-set-19 | 23-set-19 | 49 | 154 | 33 | 160 | 16 | -6 | 4 | 79 | 3,23 |
| G13 | 926913F | 24-set-19 | 25-set-19 | 49 | 166 | 38 | 179 | 11 | -13 | 1 | 79 | 3,24 |
| G13 | 933113F | 25-nov-19 | 26-nov-19 | 60 | 173 | 49 | 179 | 11 | -6 | 1 | 81 | 3,32 |
| G14 | 933214F | 26-nov-19 | 27-nov-19 | 60 | 160 | 43 | 154 | 17 | 6 | 1 | 81 | 3,41 |
| G15 | 933315F | 27-nov-19 | 28-nov-19 | 60 | 186 | 45 | 166 | 15 | 20 | 1 | 80,5 | 3,32 |
| G15 | 933815F | 27-nov-19 | 3-dez-19 | 60 | 186 | 38 | 160 | 22 | 26 | 6 | 78 | 3,4 |
| G10 | 933710F | 28-nov-19 | 2-dez-19 | 59 | 179 | 45 | 160 | 14 | 19 | 4 | 81 | 3,42 |
| G11 | 933711F | 28-nov-19 | 2-dez-19 | 58 | 141 | 38 | 154 | 20 | -13 | 4 | 81 | 3,42 |
| G11 | 933811F | 2-dez-19 | 3-dez-19 | 53 | 154 | 40 | 160 | 13 | -6 | 1 | 88 | 3,35 |
| G10 | 933910F | 3-dez-19 | 4-dez-19 | 52 | 160 | 40 | 147 | 12 | 13 | 1 | 81 | 3,34 |
| G15 | 933915F | 3-dez-19 | 4-dez-19 | 51 | 160 | 41 | 134 | 10 | 26 | 1 | 81 | 3,34 |
| G10 | 002010F | 17-jan-20 | 20-jan-20 | 53 | 147 | 38 | 141 | 15 | 6 | 3 | 82 | 3,22 |
| G11 | 002011F | 20-jan-20 | 20-jan-20 | 55 | 154 | 42 | 160 | 13 | -6 | 0 | 82 | 3,13 |
| G11 | 002111F | 20-jan-20 | 21-jan-20 | 55 | 154 | 42 | 147 | 13 | 7 | 1 | 75 | 3,2 |
| G13 | 002113F | 21-jan-20 | 21-jan-20 | 51 | 154 | 40 | 141 | 11 | 13 | 0 | 75 | 3,2 |
| G10 | 003510F | 3-fev-20 | 4-fev-20 | 59 | 166 | 45 | 166 | 14 | 0 | 1 | 79 | 3,27 |
| G11 | 003611F | 4-fev-20 | 5-fev-20 | 58 | 173 | 47 | 173 | 11 | 0 | 1 | 79 | 3,22 |
| G15 | 003615F | 4-fev-20 | 5-fev-20 | 59 | 173 | 47 | 143 | 12 | 30 | 1 | 77 | 3,03 |
| G11 | 003711F | 4-fev-20 | 6-fev-20 | 58 | 173 | 45 | 173 | 13 | 0 | 2 | 76 | 3,04 |
| G13 | 006413F | 2-mar-20 | 4-mar-20 | 55 | 134 | 40 | 134 | 15 | 0 | 2 | 72 | 3,14 |
| G14 | 006414F | 3-mar-20 | 4-mar-20 | 56 | 134 | 40 | 134 | 16 | 0 | 1 | 74 | 3,13 |
| G15 | 006915F | 5-mar-20 | 9-mar-20 | 51 | 122 | 37 | 128 | 14 | -6 | 4 | 72 | 3,17 |
| G11 | 007011F | 9-mar-20 | 11-mar-20 | 49 | 128 | 36 | 128 | 13 | 0 | 2 | 72 | 3,16 |
| G4 | 009704F | 3-abr-20 | 6-abr-20 | 53 | 147 | 42 | 142 | 11 | 5 | 3 | 73 | 3,28 |

Tabela A. 6 - Folha de registo analítico do vinho Tinto B 3 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G5 | 009905F | 6-abr-20 | 8-abr-20 | 54 | 141 | 38 | 141 | 16 | 0 | 2 | 75 | 3,34 |
| G09 | 010609F | 14-abr-20 | 15-abr-20 | 55 | 166 | 46 | 154 | 9 | 12 | 1 | 78 | 3,3 |
| G09 | 010709F | 14-abr-20 | 16-abr-20 | 55 | 166 | 42 | 147 | 13 | 19 | 2 | 74 | 3,29 |
| G04 | 011104F | 16-abr-20 | 20-abr-20 | 55 | 147 | 45 | 154 | 10 | -7 | 4 | 78 | 3,28 |
| G04 | 011204F | 16-abr-20 | 21-abr-20 | 55 | 147 | 42 | 147 | 13 | 0 | 5 | 78 | 3,27 |
| G05 | 011205F | 20-abr-20 | 21-abr-20 | 59 | 154 | 43 | 154 | 16 | 0 | 1 | 77 | 3,27 |
| G05 | 011305F | 20-abr-20 | 22-abr-20 | 59 | 154 | 49 | 160 | 10 | -6 | 2 | 78 | 3,29 |
| G06 | 011306F | 21-abr-20 | 22-abr-20 | 60 | 179 | 54 | 179 | 6 | 0 | 1 | 79 | 3,29 |
| G06 | 011406F | 21-abr-20 | 23-abr-20 | 60 | 179 | 51 | 160 | 9 | 19 | 2 | 78 | 3,28 |
| G07 | 011807F | 23-abr-20 | 27-abr-20 | 56 | 173 | 46 | 160 | 10 | 13 | 4 | 78 | 3,27 |
| G08 | 011908F | 27-abr-20 | 28-abr-20 | 60 | 179 | 58 | 179 | 2 | 0 | 1 | 76 | 3,27 |
| G08 | 012008F | 27-abr-20 | 29-abr-20 | 60 | 179 | 56 | 173 | 4 | 6 | 2 | 76 | 3,24 |
| G05 | 012605F | 30-abr-20 | 6-mai-20 | 59 | 186 | 49 | 166 | 10 | 20 | 6 | 75 | 3,23 |
| G05 | 012505F | 30-abr-20 | 7-mai-20 | 59 | 186 | 54 | 173 | 5 | 13 | 7 | 76 | 3,26 |
| G06 | 012606F | 4-mai-20 | 5-mai-20 | 63 | 166 | 49 | 166 | 14 | 0 | 1 | 76 | 3,25 |
| G06 | 012706F | 4-mai-20 | 11-mai-20 | 63 | 166 | 45 | 160 | 18 | 6 | 7 | 76 | 3,26 |
| G07 | 012807F | 5-mai-20 | 7-mai-20 | 58 | 154 | 45 | 160 | 13 | -6 | 2 | 76 | 3,24 |
| G09 | 013209F | 7-mai-20 | 11-mai-20 | 59 | 160 | 47 | 160 | 12 | 0 | 4 | 75 | 3,18 |
| G06 | 013306F | 11-mai-20 | 12-mai-20 | 55 | 166 | 45 | 154 | 10 | 12 | 1 | 76 | 3,22 |
| G06 | 013406F | 11-mai-20 | 13-mai-20 | 55 | 166 | 47 | 154 | 8 | 12 | 2 | 73 | 3,24 |
| G07 | 014007F | 14-mai-20 | 19-mai-20 | 56 | 147 | 45 | 147 | 11 | 0 | 5 | 71 | 3,28 |
| G10 | 016810F | 17-jun-20 | 18-jun-20 | 56 | 166 | 37 | 173 | 19 | -7 | 1 | 76 | 3,26 |

Tabela A. 6 – Folha de registo analítico do vinho Tinto C 0,75 lt de 2019/2020.

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto Acabado | | Variações | | Dias | Acidez Total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G11 | 908511A | 21-mar-19 | 25-mar-19 | 50 | 122 | 40 | 109 | 10 | 13 | 4 | 78 | 3,24 |
| G14 | 908014A | 19-mar-19 | 20-mar-19 | 50 | 128 | 44 | 102 | 6 | 26 | 1 | 76 | 3,23 |
| G15 | 908015A | 20-mar-19 | 20-mar-19 | 50 | 102 | 42 | 96 | 8 | 6 | 0 | 72 | 3,27 |
| G15 | 908115A | 18-mar-19 | 21-mar-19 | 50 | 122 | 36 | 102 | 14 | 20 | 3 | 71 | 3,32 |
| G13 | 908113A | 19-mar-19 | 21-mar-19 | 49 | 115 | 45 | 109 | 4 | 6 | 2 | 76 | 3,22 |
| G15 | 907915A | 18-mar-19 | 19-mar-19 | 50 | 122 | 44 | 115 | 6 | 7 | 1 | 75 | 3,25 |
| G15 | 917015A | 13-jun-19 | 18-jun-19 | 58 | 147 | 41 | 141 | 17 | 6 | 5 | 76 | 3,23 |
| G11 | 917011A | 17-jun-19 | 18-jun-19 | 52 | 154 | 47 | 154 | 5 | 0 | 1 | 76 | 3,22 |
| G13 | 917113A | 18-jun-19 | 19-jun-19 | 59 | 166 | 47 | 160 | 12 | 6 | 1 | 76 | 3,24 |
| G10 | 925610A | 10-set-19 | 12-set-19 | 51 | 160 | 40 | 166 | 11 | -6 | 2 | 79,5 | 3,18 |
| G11 | 925611D | 10-set-19 | 12-set-19 | 46 | 154 | 41 | 134 | 5 | 20 | 2 | 79 | 3,3 |
| G10 | 925610A | 10-set-19 | 12-set-19 | 51 | 160 | 40 | 166 | 11 | -6 | 2 | 79,5 | 3,28 |
| G10 | 926110A | 16-set-19 | 17-set-19 | 50 | 179 | 42 | 160 | 8 | 19 | 1 | 82 | 3,22 |
| G13 | 926213A | 16-set-19 | 18-set-19 | 52 | 141 | 44 | 160 | 8 | -19 | 2 | 81 | 3,21 |
| G11 | 929511A | 17-out-19 | 21-out-19 | 52 | 154 | 45 | 154 | 7 | 0 | 4 | 74 | 3,15 |
| G13 | 929613A | 17-out-19 | 22-out-19 | 55 | 147 | 37 | 141 | 18 | 6 | 5 | 78 | 3,21 |
| G14 | 929614A | 21-out-19 | 22-out-19 | 54 | 141 | 38 | 134 | 16 | 7 | 1 | 78 | 3,21 |
| G14 | 929714A | 21-out-19 | 23-out-19 | 54 | 141 | 45 | 141 | 9 | 0 | 2 | 76 | 3,24 |
| G10 | 930210A | 24-out-19 | 28-out-19 | 55 | 147 | 42 | 147 | 13 | 0 | 4 | 77 | 3,32 |
| G10 | 930310A | 24-out-19 | 29-out-19 | 55 | 147 | 46 | 147 | 9 | 0 | 5 | 73 | 3,32 |
| G11 | 930311A | 28-out-19 | 29-out-19 | 58 | 141 | 46 | 147 | 12 | -6 | 1 | 71 | 3,33 |
| G11 | 930411A | 28-out-19 | 30-out-19 | 58 | 141 | 45 | 147 | 13 | -6 | 2 | 73 | 3,36 |
| G15 | 933315A | 27-nov-19 | 28-nov-19 | 60 | 186 | 46 | 173 | 14 | 13 | 1 | 76 | 3,41 |
| G14 | 933814A | 2-dez-19 | 3-dez-19 | 54 | 160 | 42 | 160 | 12 | 0 | 1 | 79 | 3,36 |
| G14 | 003014A | 28-jan-20 | 30-jan-20 | 51 | 160 | 37 | 160 | 14 | 0 | 2 | 74 | 3,29 |
| G13 | 003513A | 3-fev-20 | 4-fev-20 | 58 | 166 | 47 | 160 | 11 | 6 | 1 | 79 | 3,27 |

Tabela A. 7 - Folha de registo analítico do vinho Tinto C 0,75 lt de 2019/2020 (continuação).

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto Acabado | | Variações | | Dias | Acidez Total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G14 | 003514A | 3-fev-20 | 4-fev-20 | 56 | 160 | 50 | 166 | 6 | -6 | 1 | 80 | 3,26 |
| G6 | 004306A | 11-fev-20 | 12-fev-20 | 51 | 154 | 46 | 154 | 5 | 0 | 1 | 74 | 3,04 |
| G6 | 004406A | 11-fev-20 | 13-fev-20 | 51 | 154 | 45 | 147 | 6 | 7 | 2 | 77 | 3,02 |
| G15 | 004415A | 12-fev-20 | 13-fev-20 | 51 | 154 | 45 | 147 | 6 | 7 | 1 | 76 | 3,81 |
| G11 | 005011A | 18-fev-20 | 19-fev-20 | 56 | 141 | 45 | 147 | 11 | -6 | 1 | 72 | 3,13 |
| G11 | 007111D | 9-mar-20 | 11-mar-20 | 49 | 128 | 37 | 128 | 12 | 0 | 2 | 74 | 3,23 |
| G10 | 007110D | 9-mar-20 | 11-mar-20 | 47 | 128 | 40 | 122 | 7 | 6 | 2 | 74 | 3,17 |
| G11 | 015611D | 3-jun-20 | 4-jun-20 | 56 | 166 | 44 | 160 | 12 | 6 | 1 | 74 | 3,26 |

Tabela A. 7 – Folha de registo analítico do vinho Branco D 0,75 lt de 2018.

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto Acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G10 | 905610B | 21-fev-18 | 25-fev-18 | 49 | 115 | 50 | 115 | -1 | 0 | 4 | 62 | 3,18 |
| G11 | 905611B | 21-fev-18 | 25-fev-18 | 49 | 128 | 41 | 128 | 8 | 0 | 4 | 62 | 3,18 |
| G10 | 905010B | 18-fev-18 | 19-fev-18 | 49 | 122 | 45 | 128 | 4 | -6 | 1 | 60 | 3,17 |
| G11 | 905011B | 18-fev-18 | 19-fev-18 | 51 | 128 | 47 | 134 | 4 | -6 | 1 | 61 | 3,16 |
| G11 | 905111B | 19-fev-18 | 20-fev-18 | 51 | 128 | 44 | 141 | 7 | -13 | 1 | 64 | 3,17 |
| G13 | 905113B | 19-fev-18 | 20-fev-18 | 52 | 122 | 44 | 122 | 8 | 0 | 1 | 66 | 3,18 |
| G12 | 905112B | 19-fev-18 | 20-fev-18 | 54 | 128 | 42 | 134 | 12 | -6 | 1 | 64 | 3,19 |
| G14 | 905114B | 20-fev-18 | 20-fev-18 | 50 | 122 | 41 | 115 | 9 | 7 | 0 | 64 | 3,19 |
| G15 | 905215B | 20-fev-18 | 21-fev-18 | 49 | 109 | 40 | 102 | 9 | 7 | 1 | 61 | 3,2 |
| G12 | 905612B | 25-fev-18 | 25-fev-18 | 49 | 109 | 40 | 134 | 9 | -25 | 0 | 66 | 3,2 |
| G12 | 905712B | 25-fev-18 | 26-fev-18 | 49 | 109 | 36 | 102 | 13 | 7 | 1 | 60 | 3,19 |
| G13 | 905713B | 25-fev-18 | 26-fev-18 | 50 | 128 | 44 | 109 | 6 | 19 | 1 | 60,5 | 3,18 |
| G13 | 918313B | 27-jun-18 | 1-jul-18 | 50 | 154 | 42 | 154 | 8 | 0 | 4 | 64 | 3,15 |
| G10 | 918310B | 27-jun-18 | 1-jul-18 | 50 | 115 | 40 | 134 | 10 | -19 | 4 | 69 | 3,14 |
| G10 | 918410B | 27-jun-18 | 2-jul-18 | 50 | 115 | 41 | 141 | 9 | -26 | 5 | 64 | 3,2 |
| G15 | 918415B | 1-jul-18 | 2-jul-18 | 50 | 141 | 44 | 154 | 6 | -13 | 1 | 64 | 3,2 |
| G12 | 918412B | 1-jul-18 | 2-jul-18 | 50 | 154 | 38 | 147 | 12 | 7 | 1 | 79 | 3,15 |
| G12 | 918512B | 1-jul-18 | 3-jul-18 | 50 | 154 | 42 | 134 | 8 | 20 | 2 | 65 | 3,14 |
| G13 | 918513B | 2-jul-18 | 3-jul-18 | 50 | 141 | 40 | 134 | 10 | 7 | 1 | 66 | 3,14 |
| G11 | 918511B | 2-jul-18 | 3-jul-18 | 51 | 134 | 44 | 128 | 7 | 6 | 1 | 64 | 3,14 |
| G10 | 918610B | 3-jul-18 | 4-jul-18 | 49 | 134 | 44 | 134 | 5 | 0 | 1 | 62 | 3,16 |
| G15 | 918615B | 3-jul-18 | 4-jul-18 | 50 | 134 | 42 | 122 | 8 | 12 | 1 | 78 | 3,16 |
| G15 | 918615A | 3-jul-18 | 4-jul-18 | 50 | 134 | 42 | 122 | 8 | 12 | 1 | 78 | 3,16 |
| G12 | 918612A | 3-jul-18 | 4-jul-18 | 50 | 134 | 41 | 128 | 9 | 6 | 1 | 65 | 3,16 |
| G12 | 918612B | 3-jul-18 | 4-jul-18 | 50 | 134 | 41 | 128 | 9 | 6 | 1 | 65 | 3,16 |
| G13 | 918613A | 4-jul-18 | 5-jul-18 | 49 | 141 | 41 | 128 | 8 | 13 | 1 | 65 | 3,16 |

Tabela A. 8 - Folha de registo analítico do vinho Branco E 0,75 lt de 2019/2020.

| Cuba | Código | Aprovação | Engarrafamento | Cuba | | Produto Acabado | | Variações | | Dias | Acidez total | pH |
|------|---------|-----------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|--------------|------|
| | | | | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | SO ₂ L | SO ₂ T | | | |
| G1 | 910201B | 10-abr-19 | 11-abr-19 | 50 | 141 | 49 | 122 | 1 | 19 | 1 | 73 | 3,12 |
| G2 | 910202B | 10-abr-19 | 11-abr-19 | 50 | 141 | 50 | 122 | 0 | 19 | 1 | 73 | 3,12 |
| G1 | 911301B | 22-abr-19 | 22-abr-19 | 50 | 134 | 50 | 134 | 0 | 0 | 0 | 68 | 3,2 |
| G2 | 911302B | 22-abr-19 | 22-abr-19 | 50 | 141 | 50 | 154 | 0 | -13 | 0 | 71 | 3,13 |
| G2 | 911402B | 22-abr-19 | 23-abr-19 | 50 | 141 | 49 | 141 | 1 | 0 | 1 | 70 | 3,14 |
| G3 | 911403B | 22-abr-19 | 23-abr-19 | 50 | 141 | 47 | 160 | 3 | -19 | 1 | 68 | 3,15 |
| G1 | 911401B | 23-abr-19 | 23-abr-19 | 50 | 134 | 47 | 141 | 3 | -7 | 0 | 68 | 3,15 |
| G1 | 911501B | 23-abr-19 | 24-abr-19 | 50 | 134 | 47 | 134 | 3 | 0 | 1 | 79 | 3,13 |
| G3 | 912003B | 29-abr-19 | 29-abr-19 | 50 | 134 | 50 | 134 | 0 | 0 | 0 | 79 | 3,11 |
| G13 | 919213B | 9-jul-19 | 10-jul-19 | 44 | 128 | 41 | 141 | 3 | -13 | 1 | 76 | 3,11 |
| G15 | 919215B | 9-jul-19 | 10-jul-19 | 49 | 128 | 42 | 128 | 7 | 0 | 1 | 76 | 3,1 |
| G10 | 919210B | 10-jul-19 | 10-jul-19 | 46 | 134 | 42 | 122 | 4 | 12 | 0 | 76 | 3,1 |
| G12 | 919312B | 10-jul-19 | 11-jul-19 | 46 | 122 | 40 | 109 | 6 | 13 | 1 | 73 | 3,15 |
| G10 | 919310B | 11-jul-19 | 11-jul-19 | 50 | 141 | 40 | 122 | 10 | 19 | 0 | 73 | 3,15 |
| G11 | 919311B | 11-jul-19 | 11-jul-19 | 50 | 141 | 40 | 122 | 10 | 19 | 0 | 75 | 3,17 |
| G11 | 919711B | 11-jul-19 | 15-jul-19 | 50 | 141 | 44 | 122 | 6 | 19 | 4 | 78 | 2,08 |
| G10 | 919710B | 15-jul-19 | 15-jul-19 | 45 | 122 | 42 | 122 | 3 | 0 | 0 | 77 | 3,07 |
| G10 | 919710B | 15-jul-19 | 15-jul-19 | 45 | 122 | 44 | 122 | 1 | 0 | 0 | 79 | 3,05 |
| G10 | 919810B | 15-jul-19 | 16-jul-19 | 45 | 122 | 41 | 141 | 4 | -19 | 1 | 72 | 3,11 |
| G11 | 919811B | 16-jul-19 | 16-jul-19 | 47 | 128 | 38 | 128 | 9 | 0 | 0 | 76 | 3,11 |
| G10 | 919910B | 16-jul-19 | 17-jul-19 | 46 | 134 | 41 | 128 | 5 | 6 | 1 | 76 | 3,13 |
| G11 | 919911B | 16-jul-19 | 17-jul-19 | 47 | 128 | 40 | 122 | 7 | 6 | 1 | 74 | 3,14 |

Apêndice B – Métodos analíticos SO₂ livre e total

Procedimento interno da empresa para determinação dos teores de SO₂ livre e total presentes no vinho com base no método de Ripper.

Tabela B.1. – Método analítico para determinação dos teores de dióxido de enxofre livre e total.

| | SO ₂ livre | SO ₂ total |
|----------------------------|--|---|
| Princípio do método | Após forte acidificação, oxida-se diretamente o SO ₂ pelo iodo até à coloração azul do cozimento de amido. | O SO ₂ combinado é hidrolisado em meio alcalino e titulado em meio ácido como o SO ₂ livre. |
| Material | - Erlenmeyer de 250 ml; - Pipetas aferidas de 50 ml; - Bureta automática: 12ml e 50 ml; - Dispenser automático. | - Erlenmeyer de 250 ml - Pipetas aferidas de 25 mL e 50 ml - Bureta automática: 12 ml e 50 ml - Dispenser automático |
| Reagentes | - Iodo N/50; - Ácido sulfúrico 1:4 (v/v); - Cozimento de amido 2,5 g/l. | - Iodo N/10 - Ácido sulfúrico 1:4 (v/v) - Hidróxido de sódio N - Cozimento de amido 2,5 g/L |
| Modo operatório | Medem-se para um erlenmeyer, 50 ml de vinho, 5 ml de ácido sulfúrico (bureta de 50ml) e 3 ml de cozimento de amido (Dispenser). Titula-se rapidamente com iodo contido na bureta de 12ml até coloração azul persistente (30 seg). | Medem-se para o erlenmeyer, 25 ml de hidróxido de sódio e 50 ml de vinho. Agita-se e deixa-se em repouso (10 min.). Introduzem-se 10 ml de ácido sulfúrico, sem agitar e 3 ml de cozimento de amido solúvel. Titula-se rapidamente com iodo da bureta de 12ml até coloração azul persistente (30 seg.). |
| Cálculos | Seja n o volume de Iodo N/50 gasto na titulação. Determina-se a quantidade de SO ₂ Livre em g/l, pela expressão: $n \times 0,0128 = \frac{g \text{ de } SO_2}{l \text{ de vinho}}$ Precisão do resultado: 10 mg/l | Seja n o volume de Iodo N/10 gastos na titulação. Determina-se a quantidade de SO ₂ Total em g/l pela expressão: $n \times 0,064 = \frac{g \text{ de } SO_2}{l \text{ de vinho}}$ Precisão do resultado: 10 mg/l |

REFERÊNCIAS

“Manuel Pratique d’Analyse des Moûts et des Vins” (G1).