

**VALIDATION TECHNIQUE DE NOUVEAUX PRODUITS DE L'INDUSTRIE
BOUCHONNIÈRE:**

**BOUCHON EN LIÈGE AGGLOMÉRÉ DE NOUVELLE GÉNÉRATION
BOUCHON AGGLOMÉRÉ NOVA-AURACORK**

RAPPORT FINAL

**DOSSIERS D'ESSAI CTCOR N^{OS}:
1006/06(F); 1007/06(F); 1028/06(F) et 1058/06(F)**

Requérant: AURACORK - AUGUSTO DE OLIVEIRA PAIS & C^a
Rua do Barroso, 659
4536 - 906 Paços de Brandão
PORTUGAL

Protocole d'essais VT CTCOR 0109/06
Santa Maria de Lamas, octobre 2006

1 - OBJECTIFS SCIENTIFIQUES

La présente étude a pour objectif de procéder à l'évaluation technique et qualitative d'un nouveau type de bouchon en liège aggloméré, dit bouchon de nouvelle génération, fabriqué par l'entreprise Auracork - Augusto de Oliveira Pais & C^a (ci-dessous désigné par bouchon aggloméré *Nova-Auracork*).

Cette évaluation vise donner l'accomplissement au disposé sur le Code International des Pratiques Bouchonnières (5^{ème} version), dans ce qui concerne l'inclusion de nouveaux produits et/ou procédés au sein de l'industrie bouchonnière.

En accord avec le Code International des Pratiques Bouchonnières (CIPR 2006), quelque innovation (procédé ou produit) doit être validée techniquement. La validation doit réunir l'ensemble d'éléments que peut faire la preuve et le garantie de l'efficience d'une opération, en considérant des critères de fonctionnalité, innocuité et sécurité alimentaire du produit *bouchon liège*.

Tenant en compte la définition de bouchon en liège aggloméré de nouvelle génération – conformément CIPR 2006 -, il se constate que le procédé de fabrication e/ou finition de ces bouchons doit inclure une opération d'amélioration de l'innocuité / neutralité organoleptique.

Dans la situation en étude, l'opération de amélioration de l'innocuité / neutralité organoleptique consiste au traitement thermodynamique du granulé de liège, à l'intérieur d'une cuve fermée, subit à l'action combinée de vapeur d'eau, pression et air chauffé.

Au cours de la présente étude, ils seront analysées des échantillons procédant de différentes lots de granulés, avant et après l'application du traitement thermodynamique, en permettant ainsi d'identifier et évaluer les avantages apportées par ce traitement.

En complément, ils s'analyseront des bouchons en liège aggloméré, fabriqués à partir de granulés subits au traitement. Ces analyses permettront d'évaluer les caractéristiques de fonctionnalité et d'innocuité des bouchons en liège, ayant pour base les respectives exigences normatives et/ou les valeurs de référence du CTCOR.

2 - DESCRIPTION DU PROCEDE

L'entreprise Auracork - Augusto de Oliveira Pais & C^a a développé et mise en place un nouveau procédé pour le traitement des granulés de liège destinés à la fabrication du bouchon en liège aggloméré *Nova-Auracork*.

Ce traitement vise la nettoyage et désodorisation des granulés de liège. Dans ce but, ils sont appliqués des cycles combinés de vapeur d'eau et pression, en permettant nettoyer la surface extérieur du granule et en promouvant l'extraction/trainage des composés volatiles indésirables. En complément, ils sont appliqués cycles de séchage du granulé, dans tambours rotatifs, en recourant à courant d'air chauffé.

3 - SCHEMA EXPERIMENTAL

Le modèle expérimental adopté dans la présente étude englobe deux lignes analytiques, nommément :

- Analyse des granulés de liège avant et après le traitement ;
- Analyse des bouchons en liège aggloméré fabriqués à partir de granulés qui subirent le traitement en étude.

L'abordage analytique doit mettre en évidence les avantages et éventuelles désavantages inhérents à l'application du traitement d'amélioration de l'innocuité / neutralité organoleptique.

Vu l'accomplissement des objectifs délinés, ont été établi les tâches suivantes:

Tâche 1 – Déplacement des techniciens du CTCOR à l'entreprise requérant, pour visualiser *in loco* l'opération d'amélioration de la neutralité organoleptique. Obtention de données d'appui à la « Description de la technique », telle que requise à l'élaboration d'un dossier de validation (instructions CELiège).

Tâche 2 – Sélection de trois lots de granulés de liège - préalablement à l'opération d'amélioration de la neutralité organoleptique.

Tâche 3 – Analyse du granulé de liège avant traitement. Paramètres à analyser : Analyse sensorielle ; Analyse microbiologique ; Chloroanisoles relargables.

Tâche 4 – Traitement du granulé de liège : Opération d'amélioration de l'innocuité / neutralité organoleptique.

Tâche 5 - Analyse du granulé de liège après traitement. Paramètres à analyser : Analyse sensorielle ; Analyse microbiologique ; Chloroanisoles relargables.

Tâche 6 – Fabrication et finition des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork*.

Tâche 7 – Analyse des bouchons en liège aggloméré *Nova*. Paramètres à analyser: Masse volumique ; Humidité ; Compression/Relaxation ; Torsion ; Etanchéité au liquide ; Etanchéité au gaz ; Absorption de liquide ; Analyse sensorielle dans le vin et Détermination des chloroanisoles relargables.

Tâche 8 - Traitement des résultats et élaboration du rapport.

4 - RESULTATS / INTERPRETATION DES RESULTATS

Les méthodologies analytiques et les résultats obtenus sont présentés dans les rapports d'essais CTCOR n^{os}: 1006/06(F), 1007/06(F), 1028/06(F) et 1058/06(F), conformément le description ci-dessous:

Dossier CTCOR N°	Description de l'échantillon; V/Réf.
1006/06(F)	<input type="checkbox"/> Échantillon A: Lot G107/06; 0,5-1,2 mm; 49,5 kg/m ³ ; H=6,0% - (Avant traitement) <input type="checkbox"/> Échantillon B: Lot G107/06; 0,5-1,2 mm; 49,5 kg/m ³ ; H=6,0% - (Après traitement)
1007/06(F)	<input type="checkbox"/> Échantillon A: Lot G106/06; 1-2 mm; 47,0 kg/m ³ ; H=6,0% - (Avant traitement) <input type="checkbox"/> Échantillon B: Lot G106/06; 1-2 mm; 47,0 kg/m ³ ; H=6,0% - (Après traitement)
1028/06(F)	<input type="checkbox"/> Échantillon A: Lot G108/06; 0,5-1,2 mm; 49,0 kg/m ³ ; H=5,2% - (Avant traitement) <input type="checkbox"/> Échantillon B: Lot G108/06; 0,5-1,2 mm; 49,0 kg/m ³ ; H=5,2% - (Après traitement)
1058/06(F)	<input type="checkbox"/> Bouchons provenant du lot de granulé G107/06; Calibre: 38x23 mm.

Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux et figures des pages suivantes.

4.1 Essais sur granulés de liège

4.1.1 Détermination des chloroanisoles

Nota: Il n'y ont pas été détecté les contaminants 2,3,5,6-Tétrachloroanisole (2,3,5,6-TeCA) et Pentachloroanisole (PCA) dans les échantillons analysés. Ça étant, dans la tableau et figure dessous sont résumés uniquement les résultats de la pollution des échantillons par 2,4,6-Trichloroanisole (2,4,6-TCA).

Tableau 1 - Résultats obtenus dans l'essai de détermination de chloroanisoles relargables.

N. RÉF.:	CONCENTRATION 2,4,6-TCA
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	4,9 ng/l
Echantillon 1006/06-B (après traitement)	2,2 ng/l
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	5,4 ng/l
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	<1,4 ng/l (n.q.)
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	3,9 ng/l
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	1,8 ng/l

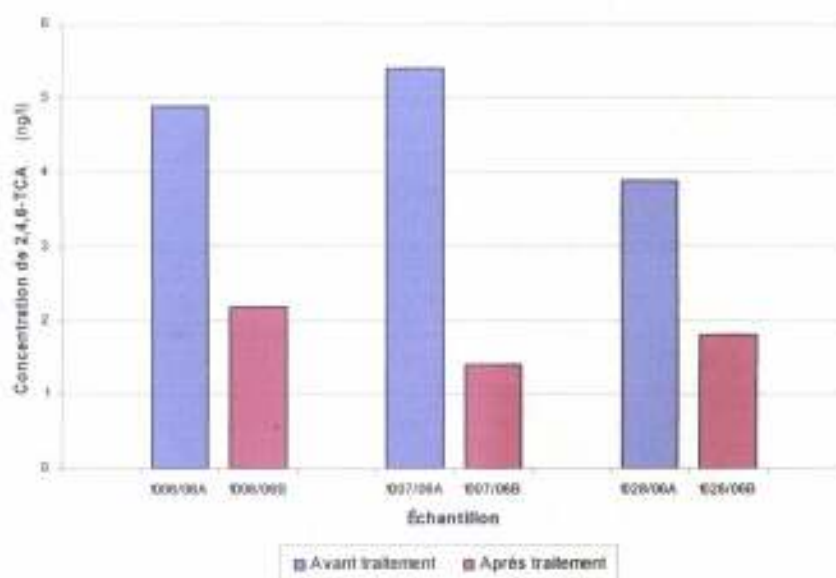


Figure 1 - Représentation graphique des teneurs en 2,4,6-TCA sur les échantillons de granulé de liège, avant et après traitement.

Les résultats présentés dans le tableau 1 (et figure 1) démontrent que le procédé retenu par l'entreprise requérant aboutit un abaissement significatif sur le 2,4,6-TCA (relargable) présent dans la matière première : granulé de liège. En effet, tous les échantillons essayés dénotent une décontamination au-dessus de 50%, après traitement, vis-à-vis les teneurs de 2,4,6-TCA quantifiés à la réception du granulé de liège (dans l'entreprise).

4.1.2 Analyse sensorielle dans l'eau

Tableau 2 - Résultats obtenus pour l'essai d'analyse sensorielle dans l'eau.

N. RÉF.	PARAMÈTRE	RESULTADOS	
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.
Échantillon 1006/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Sans altération	À liège naturel.
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Sans altération	À liège naturel.
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE
		Sans altération	À liège naturel.

Les granules exhibent une amélioration signalé sur ses caractéristiques organoleptiques, au cas où ils sont soumis au traitement thermodynamique en étude.

Tous les échantillons traités exhibent une désodorisation notable (en éliminant l'incidence des descripteurs *Moisissure*, *Liège fraîche* et *Sale*), avec l'obtention d'un profil sensoriel net, dit d'*odeur à liège naturel*.

4.1.3 Analyse microbiologique par la méthodologie des dilutions successives

Tableau 3 - Résultats obtenus pour l'essai d'analyse microbiologique par dilutions successives.

N. REF.	PARAMETRE	RESULTATS
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$5,7 \times 10^4$ ufc/g
	Niveau bactérien	Est < $3,8 \times 10^3$ ufc/g
Échantillon 1006/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $3,7 \times 10^3$ ufc/g
	Niveau bactérien	Est < $3,7 \times 10^3$ ufc/g
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$3,7 \times 10^5$ ufc/g
	Niveau bactérien	$3,9 \times 10^8$ ufc/g
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $3,8 \times 10^3$ ufc/g
	Niveau bactérien	Est < $3,8 \times 10^3$ ufc/g
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$9,0 \times 10^5$ ufc/g
	Niveau bactérien	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g
	Niveau bactérien	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g

Définitions:		
ufc - unité formatrice colonie		
Est - Valeur estimés; Absence de développement microbien à la dilution essayée.		

Les résultats présentés dans le tableau 3 démontrent que le traitement thermodynamique induit à un abaissement notable sur la charge microbienne présente dans les granulés de liège (à la réception). La réduction de la charge microbienne se rend évident pour tous les échantillons, en se vérifiant que, après traitement, les échantillons de granulés de liège présentent quantitatifs de populations fongique et bactérienne inférieurs à la charge minimum discriminable par la méthodologie des dilutions successives.

4.2 Essais dans les bouchons en liège aggloméré

La caractérisation des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork* est présentée en détail dans le rapport d'essai (n. réf.:) 1058/06(F). L'interprétation des résultats obtenus atteste que les bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork* exhibent un comportement régulier et en conformité avec les exigences *d'aptitude au emploi*.

Ainsi:

- Le profil sensoriel des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork* est nettement satisfaisant, dans la mesure où il se vérifie l'absence d'altération pour la totalité de bouchons essayés.
- Les teneurs de chloroanisoles relargables dosés dans les bouchons *Nova-Auracork* sont inférieurs aux valeurs maximum de référence (du CTCOR), nommément : *limite d'avis = 4ng/l*, *limite d'acceptation/rejet = 5 ng/l*.
- Les résultats d'étanchéité au liquide se figurent en conformité avec les valeurs recommandés par le CTCOR, nommément : progression moyenne à 1,5 bar $\leq 50\%$ du $L_{nominal}$ du bouchon et absence de fuites à 1,5 bar.
- Les bouchons se montrent réguliers du point de vue physique - mécanique, en respectant les spécifications normatives e/ou valeurs recommandées par le CTCOR.

La déviation trouvée dans l'essai de relaxation, pour le paramètre F1 (force réactive du bouchon au moment de la compression), doit être entendu comme une spécificité de ce type de bouchon, ne comportant pas quelque préjudice pour sa fonctionnalité. Dû aux caractéristiques granulométriques et au procédé de fabrication, le bouchon en étude est caractérisé par une plus forte compressibilité en comparaison avec les bouchons en liège aggloméré dits *standard*. Par contre, les forces réactives de relaxation (F2) rendent évident une franche similarité avec les valeurs de F2 obtenues sur les bouchons en liège aggloméré dits *standard*.

6 - CONCLUSION

La présente étude a permis l'évaluation qualitative d'un nouveau type de bouchon aggloméré, dit de *nouvelle génération*: bouchon en liège aggloméré *Nova-Auracork* ; fabriqué par l'entreprise Auracork - Augusto de Oliveira Pais & C^a .

En particulier, la présente étude a permis d'identifier et évaluer les effets technologiques inhérents au nouveau procédé de nettoyage/désodorisation des granulés de liège, mise en place dans l'entreprise requérant, en visant *l'amélioration de l'innocuité / neutralité organoleptique* des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork*.

Au cours de la réalisation des essais ils ont été adoptés des méthodologies normatives et méthodologies internes du CTCOR. L'interprétation critique des résultats a eu comme référence les spécifications e/ou recommandations communément applicables aux paramètres essayés.

Les résultats obtenus démontrent que le procédé en étude induit à une notable amélioration du profil sensoriel des granulés de liège. Cette constatation est attesté par les résultats de l'analyse sensorielle et par l'évidence analytique de une diminution significative dans la concentration des composés volatiles d'impact sensoriel indésirable (notamment, le 2,4,6-TCA).

En complément, il se constate que le procédé en étude permet d'assurer une réduction significative sur la charge microbienne des granulés de liège.

Finalement, il s'atteste la correcte fonctionnalité des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork*, en exhibant un comportement régulier aux paramètres physique - mécanique et d'étanchéité.

Décurrent de ce qu'est exposé ci-dessus, il se prouve l'efficacité du procédé de nettoyage/désodorisation des granulés de liège développé par l'entreprise Auracork - Augusto de Oliveira Pais & C^a, en garantissant une notable amélioration de l'innocuité/neutralité organoleptique des bouchons en liège aggloméré *Nova-Auracork* et en assurant le respect par les caractéristiques de fonctionnalité demandées au produit: *bouchon de liège*.

Santa Maria de Lamas, 30 octobre 2006

La Directrice Général

(Alzira Quintanilha)

Le Directeur Technique

(Sérgio Moutinho)



Centro
Tecnológico
da Cortiça

ANNEXES

RAPPORTS D'ESSAI

CLIENT / ADRESSE

CLIENT: AURACORK - AUGUSTO OLIVEIRA PAIS & C^ª
ADRESSE: Rua do Barroso, 659
4536 - 906 Paços de Brandão

ÉCHANTILLON

DESCRIPTION: Deux échantillons de granulé de liège (microgranulé) - n. réf.: échantillon A e B.
RÉF. CLIENT: Lote G107/06; 0,5-1,2 mm; 49,5 kg/m³; H=6,0%.

RÉCOLTE ET RÉCEPTION DE L'ÉCHANTILLON

* ÉCHANTILLONNAGE PAR: CTCOR DATE D'ÉCHANTILLONNAGE: 15.09.2006 DATE DE RÉCEPTION: 15.09.2006

INFORMATION COMPLÉMENTAIRE: Ce rapport est partie intégrante du Dossier de Validation Technique VT-CTCOR 0109-06.
Les échantillons n. réf.: A e B procèdent d'un même lot de granulé (Voir Réf. Client) en différents stades du procédé industriel, nommément:

- L'échantillon n. réf.: A a été prélevé avant le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli des sacs de raphia placés sur le local de stockage des matières premières.
- L'échantillon n. réf.: B a été prélevé après le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli au tube de décharge (sortie) du système d'autoclavage/séchage des granulés.

ANALYSE

- Détermination de chloroanisoles (tri, tetra et pentachloroanisole) par microextraction en phase solide.
- Analyse sensorielle dans l'eau. [□]
- Analyse microbiologique de produits de liège par dilutions successives.

DATE DE CONCLUSION: 02.10.2006

OBSERVATIONS

L'essai signalé avec * n'est pas inclus dans le domaine de l'accréditation.
L'opinion express dans le rapport n'est pas incluse dans le domaine de l'accréditation.
L'échantillon a été porté dans un sac plastique fermé, sans vacuum et sans SO₂.

Le Directeur Technique


(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.
Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS - Détermination de chloroanisoles

N. REF.	PARAMETRE	UNITES	RÉSULTATS	VP	MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	4,9	---	LAB-PE35 (GCMS-SPME) Masse de granulé: 25g Capacité du flacon de macération: 2000 ml
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	---	
	PCA	ng/l	n.d.	---	
Échantillon 1006/06-B (après traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	2,2	---	
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	---	
	PCA	ng/l	n.d.	---	

Définitions:

VP - Valeur paramétrique: spécification, concentration maximale admissible ou valeur guide pour la propriété, élément, organisme ou substance.

2,4,6-TCA: 2,4,6-Trichloroanisole; 2,3,5,6-TeCA: 2,3,5,6-Tétrachloroanisole; PCA: Pentachloroanisole

n.d. - non détecté

Limites de détection: 2,4,6-TCA: 0,7 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 1,8 ng/l; PCA: 3,8 ng/l

Limites de quantification: 2,4,6-TCA: 1,4 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 5,5 ng/l; PCA: 11,5 ng/l

RÉSULTATS - Analyse sensorielle dans l'eau

N. REF.	PARAMETRE	RÉSULTATS		MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	Méthode d'essai: LAB-PE 40 (adaptation) Simulateur ou de contact: eau minérale. Temps de contact: 24 heures, dans les conditions de température du laboratoire. Référence pour la description des écarts: "Roue des Écarts Sensorielles Queiroz"
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.	
Échantillon 1006/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	
		Sans altération	À liège naturel.	

RÉSULTATS - Analyse microbiologique selon la méthodologie des dilutions successives

N. REF.	PARAMETRE	RÉSULTATS	MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1006/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$5,7 \times 10^4$ ufc/g	Méthodologie des dilutions successives: adaptation du méthode de Rankine-Pilone, avec préparation du extrait initial (par vacuum) en solution de Ringer. Cet extrait a été dilué successivement jusqu'à dilution 10^{-5} , en procédant postérieurement à l'incubation sur milieu de culture WLN, pendant 5 jours à 27°C. Masse de granulé analysé par extracton: Échantillon 1006/06 A - 5,26 g Échantillon 1006/06 B - 5,40 g
	Niveau bactérien	Est < $3,6 \times 10^3$ ufc/g	
Échantillon 1006/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $3,7 \times 10^3$ ufc/g	
	Niveau bactérien	Est < $3,7 \times 10^3$ ufc/g	

Définitions:

ufc - unité formatrice colonie

Est - Valeur estimée; Absence de développement microbien à la dilution essayée.

Santa Maria de Lamas, le 27 octobre 2006

La Directrice Général

(Alzira Quintanilha)

Le Directeur Technique

(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.

Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

CLIENT / ADRESSE

CLIENT: AURACORK - AUGUSTO OLIVEIRA PAIS & C.ª

ADRESSE: Rua do Barroso, 659
4536 - 906 Paços de Brandão

ÉCHANTILLON

DESCRIPTION: Deux échantillons de granulé de liège (microgranulé) - n. réf.: échantillon A e B.

REF. CLIENT: Lote G105/06; 1-2 mm; 47,0 kg/m³; H=6,0%.

RÉCOLTE ET RÉCEPTION DE L'ÉCHANTILLON

* ÉCHANTILLONNAGE PAR: CTCOR DATE D'ÉCHANTILLONNAGE: 15.09.2006 DATE DE RÉCEPTION: 15.09.2006

INFORMATION COMPLÉMENTAIRE: Ce rapport est partie intégrante du Dossier de Validation Technique VT-CTCOR 0109-06.
Les échantillons n. réf.: A e B procèdent d'un même lot de granulé (Voir Réf. Client) en différents stages du procédé industriel, nommément:

- L'échantillon n. réf.: A a été prélevé avant le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli des sacs de raphia placés sur le local de stockage des matières premières.
- L'échantillon n. réf.: B a été prélevé après le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli au tube de décharge (sortie) du système d'autoclavage/séchage des granulés.

ANALYSE

- Détermination de chloroanisoles (tri, tetra et pentachloroanisole) par microextraction en phase solide.
- Analyse sensorielle dans l'eau. ¹⁾
- Analyse microbiologique de produits de liège par dilutions successives.

DATE DE CONCLUSION: 02.10.2006

OBSERVATIONS

L'essai signalé avec * n'est pas inclus dans le domaine de l'accréditation.
L'opinion express dans le rapport n'est pas incluse dans le domaine de l'accréditation.
L'échantillon a été porté dans un sac plastique fermé, sans vacuum et sans SO₂.

Le Directeur Technique


(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.

Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS - Détermination de chloroanisoles

N. REF.	PARAMETRE	UNITÉS	RÉSULTATS	VP	METHODE D'ESSAI
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	8,4	—	LAB-PE35 (GCMS-SPME) Masse de granulé: 25g Capacité du flacon de macération: 2000 ml
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	—	
	PCA	ng/l	n.d.	—	
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	n.g.	—	
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	—	
	PCA	ng/l	n.d.	—	

Définitions

VP - Valeur paramétrique: spécification, concentration maximale admissible ou valeur guide pour la propriété, élément, organisme ou substance.
 2,4,6-TCA: 2,4,6-Trichloroanisole; 2,3,5,6-TeCA: 2,3,5,6-Tétrachloroanisole. PCA: Pentachloroanisole
 n.d. - non détecté

Limites de détection: 2,4,6-TCA: 0,7 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 1,8 ng/l; PCA: 3,8 ng/l

Limites de quantification: 2,4,6-TCA: 1,4 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 5,5 ng/l; PCA: 11,5 ng/l

RÉSULTATS - Analyse sensorielle dans l'eau

N. REF.	PARAMETRE	RÉSULTATS		METHODE D'ESSAI
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	Méthode d'essai: LAB-PE 49 (adaptation) Simulateur ou de contact: eau minérale. Temps de contact: 24 heures, dans les conditions de température du laboratoire. Références pour la description des écarts "Roue des Ecarts Sensoriels Quercuz".
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.	
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	
		Sans altération	À liège naturel.	

RÉSULTATS - Analyse microbiologique selon la méthodologie des dilutions successives

N. REF.	PARAMETRE	RÉSULTATS	METHODE D'ESSAI
Échantillon 1007/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$3,7 \times 10^5$ ufc/g	Méthodologie des dilutions successives: adaptation du méthode de Rankine-Pione, avec préparation du extrait initial (par vacuum) en solution de fonger. Cet extrait a été dilué successivement jusqu'à dilution 10^{-5} , en procédant postérieurement à l'incubation sur milieu de culture WLN, pendant 5 jours à 27°C. Masse de granulé analysé par extraction: Échantillon 1007/06 A - 5,02 g Échantillon 1007/06 B - 5,24 g
	Niveau bactérien	$3,9 \times 10^6$ ufc/g	
Échantillon 1007/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $3,8 \times 10^5$ ufc/g	
	Niveau bactérien	Est < $3,8 \times 10^5$ ufc/g	

Définitions

ufc - unité formatrice colonie

Est - Valeur estimée. Absence de développement microbien à la dilution essayée.

Santa Maria de Lamas, le 27 octobre 2006

La Directrice Général


 (Aizira Quintanilha)

Le Directeur Technique


 (Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.

Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

CLIENT / ADRESSE

CLIENT: AURACORK - AUGUSTO OLIVEIRA PAIS & C.ª
ADRESSE: Rua do Barroso, 659
4536 - 906 Paços de Brandão

ÉCHANTILLON

DESCRIPTION: Deux échantillons de granulé de liège (microgranulé) - n. réf.: échantillon A e B.
RÉF. CLIENT: Lote G108/06; 0,5-1,2 mm; 49,0 kg/m³; H=5,2%.

RÉCOLTE ET RÉCEPTION DE L'ÉCHANTILLON

ECHANTILLONNAGE PAR: CTCOR DATE D'ECHANTILLONNAGE: 19.09.2006 DATE DE RÉCEPTION: 20.09.2006

INFORMATION COMPLÉMENTAIRE: Ce rapport est partie intégrante du Dossier de Validation Technique VT-CTCOR 0109-06.
Les échantillons n. réf.: A e B procèdent d'un même lot de granulé (Voir Réf. Client) en différents stages du procédé industriel, nommément:

- L'échantillon n. réf.: A a été prélevé avant le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli des sacs de raphia placés sur le local de stockage des matières premières.
- L'échantillon n. réf.: B a été prélevé après le traitement d'Amélioration de la Neutralité Organoleptique. Ce granulé a été recueilli au tube de décharge (sortie) du système d'autoclavage/séchage des granulés.

ANALYSE

- Détermination de chloroanisoles (tri, tetra et pentachloroanisole) par microextraction en phase solide.
- Analyse sensorielle dans l'eau. ¹⁾
- Analyse microbiologique de produits de liège par dilutions successives.

DATE DE CONCLUSION: 02.10.2006

OBSERVATIONS

L'essai signalé avec * n'est pas inclus dans le domaine de l'accréditation.
L'opinion express dans le rapport n'est pas incluse dans le domaine de l'accréditation.
L'échantillon a été porté dans un sac plastique fermé, sans vacuum et sans SO₂.

Le Directeur Technique


(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.
Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS - Détermination de chloroanisoles

N. REF.	PARAMETRE	UNITÉS	RESULTATS	VP	MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	3,9	—	LAB-PE35 (GCMS-SPME) Masse de granulé: 25g Capacité du flacon de macération: 2000 ml
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	—	
	PCA	ng/l	n.d.	—	
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	2,4,6-TCA	ng/l	1,8	—	
	2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	—	
	PCA	ng/l	n.d.	—	

Définitions:

VP - Valeur paramétrique: spécification, concentration maximale admissible ou valeur guide pour la propriété, élément, organisme ou substance.

2,4,6-TCA: 2,4,6-Trichloroanisole; 2,3,5,6-TeCA: 2,3,5,6-Tétrachloroanisole; PCA: Pentachloroanisole

n.d. - non détecté

Limites de détection: 2,4,6-TCA: 0,7 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 1,8 ng/l; PCA: 3,8 ng/l

Limites de quantification: 2,4,6-TCA: 1,4 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 5,5 ng/l; PCA: 11,5 ng/l

RÉSULTATS - Analyse sensorielle dans l'eau

N. REF.	PARAMETRE	RESULTATS		MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	Méthode d'essai: LAB-PE 49 (adaptation) Stimulateur ou de contact: eau minérale; Temps de contact: 24 heures, dans les conditions de température du laboratoire; Références pour la description des écarts: "Roue des Écarts Sensoriels Quercus".
		Altération modérée	Liège fraîche; Moisissure; Sale.	
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	Analyse sensorielle (olfactive)	CLASSIFICATION	DESCRIPTION DU PROFIL ORGANOLEPTIQUE	
		Sans altération	À liège naturel.	

RÉSULTATS - Analyse microbiologique selon la méthodologie des dilutions successives

N. REF.	PARAMETRE	RESULTATS	MÉTHODE D'ESSAI
Échantillon 1028/06-A (avant traitement)	Niveau fongique	$9,0 \times 10^5$ ufc/g	Méthodologie des dilutions successives: adaptation du méthode de Rankine-Pilone, avec préparation du extrait initial (par vacuum) en solution de Ringer. Cet extrait a été dilué successivement jusqu'à dilution 10^0 , en procédant postérieurement à l'incubation sur milieu de culture WLN, pendant 5 jours à 27°C. Masse de granulé analysé par extraction: Échantillon 1007/06 A - 5,00 g Échantillon 1007/06 B - 5,00 g
	Niveau bactérien	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g	
Échantillon 1028/06-B (après traitement)	Niveau fongique	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g	
	Niveau bactérien	Est < $4,0 \times 10^3$ ufc/g	

Définitions:

ufc - unité formatrice colonie

Est - Valeur estimée, Absence de développement microbien à la dilution essayée.

Santa Maria de Lamas, le 27 octobre 2006

La Directrice Général

(Alzira Quintanilha)

Le Directeur Technique

(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.
Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

CLIENT / ADRESSE

CLIENT: AURACORK - AUGUSTO OLIVEIRA PAIS & C.ª

ADRESSE: Rua do Barroso, 659
4536 - 906 Paços de Brandão

ÉCHANTILLON

DESCRIPTION: Bouchons en liège aggloméré, chanfreinés.
Marquage des bouchons: *Bouchons dépourvus de marquage.*

RÉF. CLIENT: Rolhas procedentes do lote de granulado G107/06; Calibre: 38x23 mm.

RÉCOLTE ET RÉCEPTION DE L'ÉCHANTILLON

ÉCHANTILLONNAGE PAR: Client DATE D'ÉCHANTILLONNAGE: — DATE DE RÉCEPTION: 27.09.2006

INFORMATION COMPLÉMENTAIRE: Ce rapport est partie intégrante du Dossier de Validation Technique VT-CTCOR 0109-06. L'échantillon a été porté par le Client. Sur la demande de CTCOR, l'échantillon se repartait par deux sub-groupes, nommément:

- 1 sub-groupe de 150 bouchons, lavés et traités, obtenus à partir du lot de granulé analysé au rapport d'essai CTCOR 1006/06.
- 1 sub-groupe de 150 bouchons, non traités, obtenus à partir du lot de granulé analysé au rapport d'essai CTCOR 1006/06.

ANALYSE

- Détermination de la masse volumique apparente.
- Détermination de l'humidité.
- Détermination de chloroanisoles (tri, tetra et pentachloroanisole) par microextraction en phase solide.
- Essai de relaxation.
- Essai de torsion.
- Comportement à l'étanchéité au liquide.
- Comportement à l'étanchéité au gaz: ^(*)
- Détermination de l'absorption de liquide: ^(*)
- Analyse sensorielle dans le vin: ^(*)

DATE DE CONCLUSION: 02.10.2006

OBSERVATIONS

L'essai signalé avec * n'est pas inclus dans le domaine de l'accréditation.
L'opinion express dans le rapport n'est pas incluse dans le domaine de l'accréditation.

Le Directeur Technique


(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.

Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS - Essais physique - mécaniques

PARAMÈTRE	UNITÉS	RÉSULTATS				VP	MÉTHODE D'ESSAI	
		\bar{x}	Max	Min	ET			
Masse volumique	kg/m ³	281	308	265	12	—	NP 2803-1 N° de bouchons: 10	
Humidité	%	5	6	5	0,47	(4 ≤ H ≤ 9) ⁽¹⁾	NP 2803-2 N° de bouchons: 10	
Relaxation	F1	daN	56	63	51	4,1	(80±15) ⁽²⁾	NP 2803-3 N° de bouchons: 10
	F2		12	13	10	0,71	(15±5) ⁽²⁾	
Torsion	Moment de torsion	daN.cm	20,6	25,1	17,6	2,3	—	NP 2803-6 N° de bouchons: 10
	Angle de torsion	(°)	76	90	63	10	≥ 40 ⁽¹⁾	
	Tension de cisaillement	daN/cm ²	8,6	10,3	7,4	0,91	≥ 6 ⁽¹⁾	
Absorption	%	39	—	—	—	(≤ 40%) ⁽³⁾	Méthode interne: Immersion des bouchons dans l'eau, à 50°C, pendant 72h. N° de bouchons: 6 (bouchons traités)	

Définitions:

\bar{x} - Valeur moyenne; Max - Valeur maximale; Min - Valeur minimale; ET - Écart-type

VP - Valeur paramétrique: spécification, concentration maximale admissible ou valeur guide pour la propriété, élément, organisme ou substance.

Notes:

⁽¹⁾ Selon la norme de spécifications NP 4351.

⁽²⁾ Valeur recommandée par le CTCOR.

⁽³⁾ Valeur recommandée par le CTCOR, applicable aux bouchons en liège aggloméré, traités.

RÉSULTATS - Comportement à l'étanchéité au gaz⁽¹⁾

P (bar)	Observation visuelle du phénomène de bouffonnement										MÉTHODE D'ESSAI
	Bouchon 1	Bouchon 2	Bouchon 3	Bouchon 4	Bouchon 5	Bouchon 6	Bouchon 7	Bouchon 8	Bouchon 9	Bouchon 10	
0,0	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	Adaptation à la méthodologie de la Norme NP 2803-5. Une heure après bouchage les tubes sont adaptés au système d'accroissement de pression. L'extrémité des tubes est introduite dans un verre contenant de l'eau et de l'agent tensioactif. La pression est augmentée de 0 bar jusqu'à la pression maximum de 2,5 bar, avec des augmentations de 0,5 bar et des attentes de 10 minutes. À chaque pression on vérifie s'il y a (ou non) l'occurrence de passage de l'air.
0,5	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	nb	
1,0	nb	b	nb	nb	nb	b	nb	nb	nb	nb	
1,5	b	b	nb	nb	nb	b	nb	nb	nb	b	
2,0	b	b	nb	b	nb	b	nb	b	nb	b	
2,5	b	b	b	b	nb	b	nb	b	nb	b	

Définitions:

P - Pression appliquée (exprimée en bar).

b - formation et détachement de bulles de gaz => fuite de gaz.

nb - absence de bulles de gaz => étanchéité au gaz.

Notes:

⁽¹⁾ Essai réalisé sur tubes de 18 mm de diamètre interne.

Le Directeur Technique



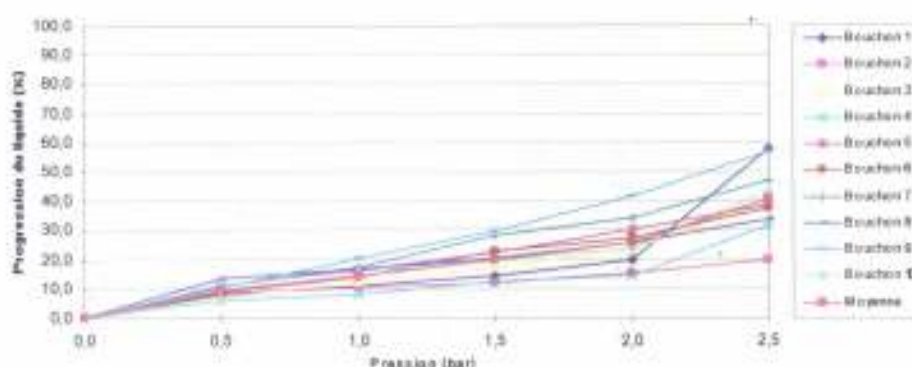
 (Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.
 Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS - Comportement à l'étanchéité au liquide ⁽¹⁾

METHODE D'ESSAI N^o 2803-5

P (bar)	Progression de liquide											Moyenne	% Fuites	Valeur guide
	Bouchon 1	Bouchon 2	Bouchon 3	Bouchon 4	Bouchon 5	Bouchon 6	Bouchon 7	Bouchon 8	Bouchon 9	Bouchon 10				
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0	0	Recommandations CTCOR ⁽²⁾ : • Valeur de progression moyenne à 1,5 bar ≤ 50% de la longueur nominal des bouchons; • Absence de fuites à 1,5 bar.
0,5	7,9	8,2	6,8	6,1	10,9	8,8	11,0	13,5	10,2	11,5	9	0		
1,0	10,8	10,4	12,1	8,0	16,3	14,1	17,1	17,0	20,1	15,9	14	0		
1,5	14,5	12,1	17,5	12,2	22,4	22,6	28,1	20,3	29,5	19,6	20	0		
2,0	19,8	15,3	23,4	14,4	30,3	27,1	34,0	25,7	41,7	24,0	26	0		
2,5	57,7	19,8	40,7	31,8	38,7	37,6	47,2	33,7	57,0	43,1	41	0		



Définitions:

P - Pression appliquée (exprimée en bar)

Notes:

⁽¹⁾ Essai réalisé sur tubes de 18 mm de diamètre interne.

⁽²⁾ Il doit être assuré l'accomplissement des deux recommandations.

RÉSULTATS - Détermination de chloroanisoles

PARAMÈTRE	UNITÉS	RÉSULTATS	VP	METHODE D'ESSAI
2,4,6-TCA	ng/l	1,6	—	LAB-PE35 (GCMS SPME)
2,3,5,6-TeCA	ng/l	n.d.	—	
PCA	ng/l	n.d.	—	

Définitions:

VP - Valeur paramétrique: spécification, concentration maximale admissible ou valeur guide pour la propriété, élément, organisme ou substance.

2,4,6-TCA: 2,4,6-Trichloroanisole; 2,3,5,6-TeCA: 2,3,5,6-Tétrachloroanisole; PCA: Pentachloroanisole

n.d. - non détecté

Limites de détection: 2,4,6-TCA: 0,7 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 1,6 ng/l; PCA: 3,8 ng/l

Limites de quantification: 2,4,6-TCA: 1,4 ng/l; 2,3,5,6-TeCA: 5,5 ng/l; PCA: 11,5 ng/l

Le Directeur Technique

Sérgio Moutinho
(Sérgio Moutinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.

Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.

RÉSULTATS – Analyse sensorielle

PARAMÈTRE	RÉSULTATS				MÉTHODE D'ESSAI
	CLASSIFICATION	N° DE BOUCHONS	N DE BOUCHONS	ECART ORGANOLEPTIQUE (n° de bouchons)	
Analyse sensorielle (olfactive)	Sans altération	20	100	—	Méthode d'essai: LAB-PE 49 Simulateur ou denrée alimentaire: Vin vert blanc sec; Volume de simulateur ou denrée alimentaire: 20 ml; N° de bouchons essayés: 20; Temps de contact: 24 heures, dans les conditions de température du laboratoire; Référence pour la description des écarts organoleptiques: "Roue des Ecarts Sensoriels Quercus".
	Légère altération	0	0	—	
	Altération modérée	0	0	—	
	Altération forte	0	0	—	

Santa Maria de Lamas, le 27 octobre 2006

La Directrice Général

(Alzira Quintanilha)

Le Directeur Technique

(Sérgio Moufinho)

Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit partiellement sans l'approbation du laboratoire CTCOR.
Les résultats ne concernent que les échantillons soumis à l'essai.