Nuovo disciplinare sulle metodiche analitiche per il controllo del tappo di sughero ad uso enologico

Agris
Agenzia regionale
per la ricerca in agricoltura

REGIONE AUTONOMA DELLA SARDEGNA

ASSOIMBALLAGGI
ASSOCIAZIONE FEDERLEGNOARREDO

UNIONE ITALIANA VINI

UNIVERSITÀ CATTOLICA DEL SACRO CUORE
ISTITUTO DI ENOLOGIA

Nuovo disciplinare sulle metodiche analitiche per il controllo del tappo di sughero ad uso enologico

Gennaio 2011

A cura di:

Dipartimento della ricerca
per il Sughero e la Silvicoltura
Agris Sardegna
Regione Sardegna
Tempio Pausania (OT)

Istituto di Enologia e Ingegneria Agro-Alimentare
Facoltà di Agraria
Università Cattolica del Sacro Cuore
Piacenza

Laboratori Unione Italiana Vini
Verona

Ufficio Tecnico Gruppo Sughero
di Assoimballaggi/FederlegnoArredo
Milano

Con la partecipazione di:
Assoimballaggi di FederlegnoArredo
ConLegno (Consorzio Servizi Legno Sughero)
UIV (Unione Italiana Vini)

Con la collaborazione di:
Andrea Acanfora
Michele Addis
Ilaria Bislenghi
Alessandro Canepari
Sebastiano Cerullo
Maria Corda
Piero Corda
Sebastiano Colla
Domenico Corradetti
Luigi Ciotti
Maria Gabriella Dallavalle
Maria Daria Fumi
Mauro Ganau
Graziano Giua
Maria Isabella Giua
Valeria Mazzoleni
Giuseppe Molinas
Fabio Mureddu
Franco Pampiro
Francesco Pavanello
Agostino Pintus
Sandro Pisano
Alessandro Ruggero
Carlos Santos
Marco Tarantola
Stefano Zaninotto

Agris
Agenzia regionale per la ricerca in agricoltura
REGIONE AUTONOMA DELLA SARDEGNA

ASSOIMBALLAGGI
ASSOCIAZIONE FEDERLEGNOARREDO

UNIONE ITALIANA VINI

UNIVERSITÀ CATTOLICA DEL SACRO CUORE
ISTITUTO DI ENOLOGIA

Stampato su carta ecologica certificata

ELEMENTAL CHLORINE FREE GUARANTEED · LONG-LIFE ISO 9706 · SELECTED SECONDARY FIBERS · HEAVY METAL ABSENCE CE 94/62 · PH NEUTRAL

Crugnola Comunicazione & Design – Milano

Nuovo disciplinare sulle metodiche analitiche per il controllo del tappo di sughero ad uso enologico

Indice

Premessa 4

DOP: solo il vino? 6

Parte prima - Metodica analitica 8
Metodo n. 1 - Controllo sensoriale 9
Metodo n. 2 - Prove fisiche: Dimensioni, Peso, Umidità 11
Metodo n. 3 - Umidità con stufa 13
Metodo n. 4 - Forza di estrazione 14
Metodo n. 5 - Controllo microbiologico 16
Metodo n. 6 - Resistenza alla bollitura 19
Metodo n. 7 - Tenuta al liquido 20
Metodo n. 8 - Cessione sostanze ossidanti 24
Metodo n. 9 - Cessione polveri 26
Metodo n. 10 - Classificazione visiva di tappi e rondelle 38
Tappi cilindrici in sughero naturale monopezzo 26x44 mm 39
Rondelle in sughero naturale 34x6 mm 41

Parte seconda - Allegati 28
Allegato 1 - Osservazioni sulla determinazione del 2,4,6-tricloroanisolo (TCA) 29
Allegato 2 - Cessione sostanze tanniche 30
Allegato 3 - Istruzione tecnica campionamento 33
Tabella campionamento, tolleranze, accettabilità 34
Allegato 4 - Legenda e bibliografia 36

Premessa

UN SISTEMA DI "APERTURA"

Il prodotto

Il sughero nasce intorno a una pianta, il tappo in sughero intorno a un prodotto.
Il sughero è frutto di un'unica pianta, il tappo in sughero è il frutto di un lavoro collegiale di più persone.
Basta un'azienda per produrlo, ne servono molte per garantirne la prestazione.
Perché prodotto e prestazione coincidano e producano la qualità occorre condividere le responsabilità.
Il tappo attraversa una filiera: fornitore di materie prime, produttore di tappi, tecnico di laboratorio di analisi, produttore di bottiglie, produttore di macchine per l'imbottigliamento, cantina, trasportatore, commerciante specializzato (enoteca) o despecializzato (punti di vendita a libero servizio), ristoratore, consumatore.

Il problema

La naturalità ha i suoi piccoli inconvenienti, peraltro evitabili: ottenere un prodotto standard da una materia prima rinnovabile e viva come il sughero, richiede la capacità di gestire il processo lungo tutta la filiera e di controllare la qualità dalla scelta delle materie prime fino al momento dell'applicazione sulla bottiglia.

L'obiettivo

Ridurre i costi del tappo in sughero? No, i costi di gestione dei contenziosi (immagine persa o danneggiata, restituzione dei prodotti, ecc.) che coinvolgono tutti gli attori della filiera: il produttore di tappi, il produttore dei vini, il punto di vendita specializzato o a libero servizio, il ristorante. Ma non solo: da mettere in conto vi è anche la perdita di immagine per i vini di qualità se si ricorre a chiusure sintetiche; i prodotti, infatti, vengono privati di eleganza, pregio e naturalità.

La soluzione

È poter riconoscere in modo obiettivo la prestazione di un tappo in sughero, sottrarre la valutazione da ambiti soggettivi, misurare con affidabilità le procedure che determinano la qualità. Come? Con uno strumento unico di valutazione: non una macchina, non un'attrezzatura da laboratorio, ma un sistema di operatori che condivida definizioni e metodologie. In una parola, un'etica del controllo.

Questo è il senso del **Nuovo Disciplinare** sulle metodiche analitiche per il controllo del tappo di sughero ad uso enologico, promosso, realizzato e aggiornato da UIV – Unione Italiana Vini, Gruppo Sughero di Assoimballaggi/FederlegnoArredo, Sezione Sughero della Confindustria Nord Sardegna, Istituto di Enologia e Ingegneria agroalimentare – Università Cattolica del Sacro Cuore (Piacenza), "Agris Sardegna" – Dipartimento della ricerca per il Sughero e la Silvicoltura – Regione Sardegna (Tempio Pausania).

Il Disciplinare, giunto oggi alla sua seconda edizione, nasce appunto da un lavoro collegiale della filiera e costituisce uno dei rari esempi di cooperazione convergente verso un obiettivo comune. A proposito del tappo in sughero, l'espressione "fare sistema" non è un invito retorico ma una realtà quotidiana.

Giuseppe Molinas
Consigliere Incaricato Gruppo Sughero
di Assoimballaggi/FederlegnoArredo

Lucio Mastroberardino
Presidente di Unione Italiana Vini

DOP: solo il vino?

Meno di cinquant'anni sono serviti al vino per cessare d'essere "nome comune di cosa" e conquistare svariati profili identitari, tanti quanti sono i vitigni, le tecniche produttive, le zone d'origine e gli abbinamenti. Se il movimento dei consorzi di tutela e di recente il movimento slow food, hanno permesso e accelerato un recupero e una nobilitazione dei valori del prodotto "vino" in direzione di una politica di marca, altrettanto è accaduto per il suo compagno di viaggio più importante dopo la bottiglia. Si pensi ai progressi realizzati dall'insieme dell'industria di trasformazione europea che, partendo dal progetto "Quercus", si è saputa rinnovare grazie all'introduzione del "Codice Internazionale di Buone Pratiche per la Produzione dei Tappi di Sughero" ed all'implementazione del Sistema di Certificazione delle aziende (Systecode). Una bottiglia non si apre, si stappa: un momento che va oltre il gesto tecnico e afferisce alla liturgia laica del consumo, all'inizio di un percorso esperienziale, all'attesa di una scoperta. Questo è il valore funzionale e insieme emozionale del tappo in sughero, che contiene "naturalmente".

Sughero e prodotti di sintesi per le chiusure sono materiali con significati differenti, oltrechè ad impatto ambientale decisamente diverso. Il prestigio indiscusso del sughero è stato difeso non solo dai produttori di sughero e di tappi, ma anche da tutti gli altri utenti, dall'imbottigliatore fino al cliente finale. Questa chiusura di origine naturale ha posto le basi per conquistarsi una DOP ad honorem tutta sua.

L'obiettivo del disciplinare è quindi ridurre al minimo la soggettività nei controlli che scattano ogniqualvolta si innesca un contenzioso lungo la catena di fornitura del tappo in sughero: codificare i parametri e la loro misurazione costituisce il primo e più importante passo verso la determinazione della qualità.

Agris Sardegna
Dipartimento della ricerca per il Sughero e la Silvicoltura
Regione Sardegna
Tempio Pausania (OT)

FederlegnoArredo
Assoimballaggi – Ufficio Tecnico Gruppo Sughero
Milano

Laboratori Unione Italiana Vini
Verona

Università Cattolica del Sacro Cuore
Facoltà di Agraria
Istituto di Enologia e Ingegneria Agro-Alimentare
Piacenza

Parte prima

Metodica analitica

Metodo n. 1
Controllo sensoriale

1.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

Il Controllo sensoriale permette, mediante una simulazione di contatto tra tappo e vino, di verificare se il campione in esame cede al liquido simulante odori anomali; il risultato è un indicatore della neutralità del tappo nei confronti del vino. Attualmente il difetto relativo "all'odore e sapore anomalo riconducibile a muffa" risulta essere il problema più frequente per una corretta conservazione del vino.

Il difetto, impropriamente definito "gusto di tappo", è dovuto alle molecole derivate dall'azione di microrganismi che modificano diverse sostanze, quali ad esempio i clorofenoli, naturalmente presenti nel sughero e non solo.
Nel sughero si può verificare la comparsa del difetto se contaminato in foresta dall'*Armillaria* o da diversi altri tipi di funghi normalmente presenti anche in cantina quali *Aspergillus*, *Pennicillium*, *Cladosporium* e *Mucor*, nonché da alcuni batteri dei generi *Bacillus*, *Rhodococcus*, *Streptomyces*.
Gli *Streptomyces* degradando la lignina nel sughero affetto da "macchia gialla", producono guaiacolo, mentre i clorofenoli e cloroanisoli (i maggior responsabili del gusto di muffa) si formano dal metabolismo di composti clorurati presenti nel sughero, ad opera di certi funghi, quali il *Pennicillium*. Le plance colpite da questi funghi vengono pertanto scartate già dalle prime fasi della lavorazione, riducendo al minimo il rischio di successivi inquinamenti.

I cloroanisoli possono anche derivare dall'uso di alcuni insetticidi che contengono clorofenoli. Questi insetticidi sono spesso presenti nei prodotti per trattare il legno, materiale da sempre molto presente nelle cantine. Il legno "assorbe" quindi i clorofenoli, i quali attraverso metilazione fungina vengono trasformati in cloroanisoli maleodoranti.

Durante la fase di degustazione si valuta la presenza di odori anomali ceduti dal tappo alla soluzione di contatto; questi ovviamente, per essere considerati tali, devono differire in maniera significante dal sentore tipico del sughero immerso in una soluzione idroalcolica, ovvero dal "rumore di fondo" che ogni tappo produce.
Il panel deve quindi essere debitamente addestrato.

1.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per l'esecuzione del **Controllo sensoriale** sulle matrici di seguito elencate. Da ora in poi per brevità **Controllo sensoriale** sarà indicato con la sigla **CS**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturali Tappi in sughero tecnici Tappi per spumanti	Presenza/assenza odori anomali

1.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova è necessario come reagente una soluzione idroalcolica al 10%.

1.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

La prova si esegue, se non altrimenti, su **100 pezzi** prelevati in maniera casuale.
Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Apparecchiature

- Contenitori in vetro di volume appropriato (100-250 ml) con imboccatura larga e chiusura con tappo a vite.
- Stufa o locale termostatato regolato a 25 ± 2 °C.

Panel assaggiatori

- Il panel è composto da almeno 3 giudici addestrati al riconoscimento dei difetti dovuti al tappo.

1.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

L'esecuzione della prova **CS** si articola attraverso le seguenti fasi:

- I tappi vengono inseriti singolarmente nei contenitori in modo che vengano in contatto con il liquido.
- Per i tappi spumante, si staccano le rondelle e si inseriscono solo quelle nei contenitori oppure si possono utilizzare dei dispositivi che consentano di tenere immerse nel liquido le rondelle e 1 cm del corpo agglomerato.
- I flaconi vengono posti in stufa regolata (o locale termoregolato) a 25 ± 2 °C per 24 ore.
- Al raggiungimento del tempo stabilito, si trasferisce il contenuto di ogni flacone in un bicchiere/contenitore numerato evitando di trasferire i tappi ed il panel ha il compito di individuare eventuali cessioni di odori anomali da parte dei tappi.
- Si intendono difettosi i campioni riconosciuti tali dalla maggioranza dei giudici.

1.6 INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Controllo sensoriale

Espressione del risultato

Numero tappi difettosi/numero tappi totali x 100.

Metodo n. 2

Prove Fisiche: Dimensioni, Peso, Umidità

2.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

Il controllo dei parametri dimensionali come lunghezza, diametro e peso, unito a quello del contenuto di umidità, rappresenta un sistema per monitorare l'omogeneità del campione in analisi, nonché l'aderenza dello stesso al capitolato di produzione richiesto dal cliente.
Al fine di ottenere un valore medio sufficientemente significativo, è necessario svolgere questi controlli su un numero relativamente cospicuo di tappi (almeno 40 pezzi) per campione.
La misurazione di questi parametri è necessaria per controllare e garantire:

- Uniformità delle dimensioni, peso e massa volumica apparente.
- Livello adeguato dell'umidità percentuale per garantire la corretta elasticità del tappo.
- Dimensioni corrispondenti al capitolato d'acquisto.

2.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per l'esecuzione delle **Prove fisiche** di seguito illustrate. Da ora in poi per brevità **Prove fisiche** sarà indicato con la sigla **PF**.

Matrice
Tappi in sughero naturali
Tappi in sughero tecnici
Tappi in sughero per spumanti

2.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova non sono necessari reattivi.

2.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova è necessario un sistema automatico o manuale per il controllo dei tappi in sughero che comprenda i seguenti apparati:

- Sistema multicalibro per misure dimensionali (0,01 mm) o calibro digitale manuale.
- Bilancia tecnica (0,01 g).
- Igrometro elettronico con elettrodi di misura ad aghi con campo di misura da 2,5% a 8% e risoluzione di 0,1%.

2.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**
L'esecuzione della prova **PF** si articola attraverso le seguenti fasi:

Esecuzione misure

- Eseguire per ogni tappo la misura della lunghezza e del diametro a metà altezza (in realtà due diametri perpendicolari).
- Pesare ogni singolo tappo sulla bilancia.
- Eseguire la misura dell'umidità al centro del tappo (ed anche sulla rondella nel caso di tappi tecnici con una o più rondelle).
- Riportare i dati relativi a: lunghezza, misura di due diametri a 90° eseguita a metà della lunghezza del tappo, la media dei due diametri e la differenza tra i due diametri (ovalizzazione), il peso, la densità (mediante calcolo), il contenuto d'umidità al centro e quella della rondella.
- In caso di umidità al di fuori dell'intervallo 3-9% si deve utilizzare il metodo della stufa.

2.6 INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Lunghezza (Valore medio)
Espressione del risultato
0,00 mm.

Diametro (Valore medio)
Espressione del risultato
0,00 mm.

Ovalizzazione (Valore medio)
Espressione del risultato
0,00 mm.

Peso (Valore medio)
Espressione del risultato
0,00 g.

I quattro parametri appena elencati rappresentano i valori medi dei tappi sottoposti ad analisi e affetti da errori strumentali di ogni singolo laboratorio.

Massa volumica apparente
Calcolata mediante formula:
$(4/\pi)$ x (m/d^2l) 10^6
dove **m** è la massa del tappo,
d è il diametro medio
ed **l** la lunghezza media.
Espressione del risultato
(0 ± 1) Kg/m^3.

Contenuto umidità (Valore medio)
Espressione del risultato
0,0% contenuto umidità.

Vengono quindi restituiti al cliente (o a chi richiede l'analisi) l'indicazione finale del valore medio, minimo, massimo e deviazione standard di ogni parametro per il campione in analisi oltre ad una elaborazione grafica dell'andamento dei parametri per ogni singolo pezzo.

2.7 CONTROLLI DI PROCESSO

Dimensioni
Il sistema multicalibro (o il calibro digitale) deve essere controllato periodicamente secondo un piano di controlli utilizzando dei campioni di riferimento (certificati SIT), oppure da un laboratorio esterno accreditato.

Peso
La bilancia utilizzata deve essere sottoposta a programma di taratura periodica, mediante l'utilizzo dei pesi certificati SIT in uso nel laboratorio, oppure da un laboratorio esterno accreditato.

Umidità
L'igrometro utilizzato viene controllato mediante un campione di riferimento. Nel caso il contenuto d'umidità dei campioni sia sotto il 3% è opportuno applicare il metodo della stufa.

Metodo n. 3
Umidità con stufa

3.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

L'umidità è fattore importante ai fini della conservazione del tappo prima del suo utilizzo e come controllo di qualità al momento dell'imbottigliamento.
Un corretto livello di umidità sfavorisce uno sviluppo della flora microbica superficiale e permette di escludere la possibilità che vi sia un suo sviluppo incontrollato con possibile formazione di composti indesiderati.

3.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce i metodi di prova per l'esecuzione dell'**Umidità con stufa**. Da ora in poi per brevità **Umidità con stufa** sarà indicato con la sigla **US**.
Lo scopo di questa prova è quello di determinare e valutare il contenuto di umidità di un tappo tramite l'uso di stufa e di una bilancia analitica.

Matrice

Tappi in sughero naturali
Tappi in sughero tecnici
Tappi in sughero per spumanti

3.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova non sono necessari reattivi.

3.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessarie:

Apparecchiature

- Bilancia analitica
- Stufa ventilata a 105 °C

3.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**
L'esecuzione della prova **US** si articola attraverso le seguenti fasi:

Preparazione dei campioni

- I campioni di tappi vanno conservati accuratamente nella loro confezione originale ed analizzati dopo 48 ore dal momento della loro consegna in laboratorio per consentirne il condizionamento.

Esecuzione analisi

- Si numerano e si pesano 20 tappi.
- I tappi vengono posti in stufa per 24 ore a 105 °C.
- Trascorso questo tempo, vengono tolti dalla stufa e posti in essiccatore per 30 minuti.
- I tappi vengono nuovamente pesati.

3.6 CALCOLO DEI RISULTATI

Si determina il contenuto d'umidità percentuale (con la stufa) attraverso il calcolo:

$$\text{umidità \%} = \frac{(\text{Peso iniziale} - \text{Peso finale}) \times 100}{(\text{Peso iniziale})}$$

Umidità (Valore medio)
Espressione del risultato
0,0% umidità.

Metodo n. 4
Forza di estrazione

4.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

Questo controllo è importante perchè permette di controllare la corretta lubrificazione del tappo, necessaria per l'inserzione corretta nel collo della bottiglia.

Inoltre questo controllo nasce dalla necessità di poter verificare in modo oggettivo e continuativo il carico di estrazione necessario all'apertura delle bottiglie di vino fermo. Ciò risulta molto importante in quanto, negli ultimi anni, la diffusione del vino imbottigliato anche nei mercati non tradizionali, ha avuto come conseguenza la necessità di avere standard certi in questa operazione ritenuta ormai essenziale per la soddisfazione del consumatore.
Se l'operazione viene effettuata con l'ausilio di tubi in policarbonato, in sostituzione delle normali bottiglie di vetro, si evitano le interferenze legate alla differente conformazione dei colli di bottiglia.

4.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per l'esecuzione della Forza di estrazione. Da ora in poi per brevità **Forza di estrazione** sarà indicato con la sigla **FS**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturale Tappi in sughero tecnici	0-100 daN

4.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova non sono necessari reattivi.

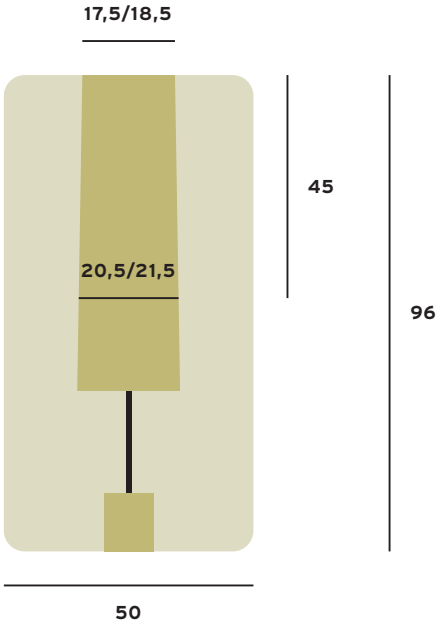
4.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Attrezzature e materiali

- Tubi in policarbonato spessore 3 mm, diametro rasobocca 17,5 o 18,5 mm ± 0,5 mm, profilo conico (da 17,5 a 20,5 e da 18,5 a 21,5 mm), oppure,
- tubi in vetro di analoghe dimensioni, oppure,
- bottiglie di vetro di riferimento concordate con il richiedente l'analisi.
- Tappatrice automatica a 4 ganasce.

Figura 1
Esempio di tubo in policarbonato con dimensioni standard espresse in millimetri.



Apparecchiature

Dinamometro per estrazione composto da:

- Cavatappi in acciaio inossidabile con passo 12 mm con elica a 5 spire.
- Testa dinamometrica da 100 daN con velocità 300 mm/minuto.
- Motore passo-passo elettronico.

4.5 CONTROLLI DI PROCESSO

Il dinamometro deve essere sottoposto a un piano di taratura periodico.

4.6 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**

1. Pulire ed asciugare accuratamente i tubi o le bottiglie prima di ogni prova.
2. Utilizzando la tappatrice automatica tappare i tubi o le bottiglie di vetro.
3. Trascorse 24 ore procedere all'estrazione del tappo e alla rilevazione della forza necessaria per tale operazione.

4.7 CALCOLO DEI RISULTATI

Forza di estrazione (Valore medio)

Espressione del risultato

0,0 daN.

Si indica il valore medio, la deviazione standard, il valore minimo e quello massimo ottenuto durante il rilevamento dei dati.

Metodo n. 5
Controllo microbiologico

5.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

L'idoneità dei materiali atti al confezionamento degli alimenti è argomento di grande interesse e crescente attualità e numerosi atti legislativi sono stati emessi per disciplinare la materia a garanzia della qualità dei prodotti e a tutela della salute del consumatore.
In questo ambito, anche per il tappo di sughero, si rafforza l'esigenza di attestarne la conformità all'uso e la rispondenza ai criteri di igienicità.

La carica microbica costituisce un importante indice di valutazione dell'idoneità del tappo a garantire la qualità del vino imbottigliato, nonchè dell'osservanza delle Buone Pratiche di Fabbricazione (GMP) durante il processo di trasformazione dalla plancia di sughero al tappo finito.

5.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

Lo scopo del **Controllo microbiologico** è la determinazione e la conta diretta delle unità formanti colonia (**UFC**) di batteri, muffe e lieviti. Si applica ai tappi di sughero finiti.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturale Tappi in sughero agglomerato con o senza rondelle Tappi in sughero per vini spumanti	0-150 UFC/piastra

5.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti reattivi, tutti ottenuti da fornitori qualificati:

Reagenti
- PCA (Plate Count Agar)
- MEA (Malt Extract Agar)
- Rosa Bengala
- Soluzione di Ringer oppure soluzione fisiologica (0,85% NaCl)
- Difenile
- 2,3,5-trifeniltetrazoliocloruro (TTC)
- Tetraciclina cloridrato
- Etanolo al 75%
- Etanolo al 96%
- Acqua distillata

5.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:
- Autoclave per sterilizzazione.
- Sistema di filtrazione a vuoto con relativi imbuti sterili pronti all'uso.
- Sistema di filtrazione tradizionale a vuoto (imbuti in vetro o acciaio inox sterilizzabili).
- Agitatore magnetico.
- Incubatore termostatato.
- Cappa a flusso laminare.
- Membrane sterili, diametro 50 mm e porosità 0,45 μm.
- Piastre di Petri sterili, diametro 90 mm.
- Flaconi con coperchio autoclavabili di adeguata capacità;
- Materiale da laboratorio (pinze, cilindri graduati da 100 ml e 500 ml, pipette monouso sterili, ecc.).
- Vortex.
- Bagno termostatato.
- Oscillatore meccanico.

5.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Effettuare il campionamento in condizioni di sterilità (secondo le modalità riportate nella tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione tecnica campionamento**), prelevando i tappi in diversi punti del lotto da sottoporre a prova. Utilizzare contenitori sterili e conservare la campionatura a 4 ± 2 °C fino al momento dell'analisi.
La preparazione del materiale e l'analisi vanno eseguite in condizioni di asepsi.
L'esecuzione della prova si articola attraverso le seguenti fasi:

Preparazione delle soluzioni

Soluzione di Ringer

- Porre 1 pastiglia Ringer in 500 ml di acqua distillata e agitare fino a scioglimento della stessa.
- Distribuire con cilindro graduato 100 ml di soluzione per ogni flacone.
- Chiudere il flacone lasciando leggermente allentato il coperchio ed applicare alla beuta un indicatore chimico di sterilizzazione (nastro, striscia o etichetta).
- Sterilizzare in autoclave a 121 °C per 15 minuti.

Soluzione fisiologica

- Sciogliere 8,5 g di NaCl in 1 litro di acqua distillata.
- Distribuire con cilindro graduato 100 ml di soluzione per ogni flacone.
- Chiudere il flacone lasciando leggermente allentato il coperchio ed applicare al flacone un indicatore chimico di sterilizzazione (nastro, striscia o etichetta).
- Sterilizzare in autoclave a 121 °C per 15 minuti.

In alternativa si può utilizzare soluzione fioiologica sterile pronta all'uso.

Preparazione dei terreni

MEA

Seguire le istruzioni riportate sulla confezione e addizionare i vari supplementi selettivi come riportato dalla norma UNI 10895: 2001.

- Sterilizzare per 15 minuti a 121 °C dopo addizione del Rosa Bengala con modalità tali da averne nel terreno 80 ppm.
- Lasciar raffreddare fino a una temperatura di 50 ± 2 °C.
- Aggiungere in asepsi la tetraciclina cloridrato sciolta in etanolo, in modo da averne nel terreno 30 ppm.
- Agitare e distribuire il terreno (circa 15 ml) nelle piastre in asepsi sotto cappa.
- Utilizzare le piastre dopo solidificazione del terreno di coltura.

PCA

Seguire le istruzioni riportate sulla confezione e addizionare i vari supplementi selettivi come riportato dalla norma UNI 10895: 2001.

- Sterilizzare per 15 minuti a 121 °C.
- Lasciar raffreddare fino a una temperatura non troppo elevata (50 ± 2 °C).
- Aggiungere in asepsi il TTC e il difenile sciolto in etanolo al 75%, in modo da avere nel terreno rispettivamente 50 ppm di TTC e 100 ppm di difenile.
- Agitare e distribuire il terreno (circa 15 ml) nelle piastre in asepsi sotto cappa.

Le piastre (MEA e PCA) non utilizzate possono essere conservate a 0 ± 4 °C capovolte e avvolte in foglio di alluminio, fino al momento dell'uso in condizioni tali da non comportare modificazioni della loro composizione per un tempo non superiore a 30 giorni.

Preparazione dei campioni

Prelevare in modo sterile i tappi dalla confezione originale. Predisporre 2 flaconi contenenti 100 ml di soluzione di Ringer o soluzione fisiologica e porre 4 tappi in ognuno di essi, in modo che i tappi risultino immersi nella soluzione. Effettuare non meno di 3 repliche.
Mantenere in agitazione meccanica costante (circa 150 rpm per 1 ora) a temperatura di 20-25 °C.

Esecuzione dell'analisi

Determinazione carica batterica totale

- Prelevare 0,5 ml di soluzione di estrazione e seminarla per spandimento sulla superficie del terreno di coltura PCA in piastre Petri.
- Prelevare e filtrare su membrane separate 1 aliquota di 50 ml di soluzione e 1 aliquota di 5 ml, porre separatamente le due membrane sulla superficie del terreno di coltura PCA in piastre Petri.
- Incubare le piastre a 37 ± 1 °C per 2 giorni. Al termine effettuare la conta delle colonie per ogni piastra.

Determinazione di muffe e lieviti

Procedere come descritto per il PCA utilizzando MEA come substrato.
Incubare le piastre di MEA a 22 ± 1 °C per 3 giorni al fine di determinare il numero di muffe e lieviti totali.

È consigliato controllare lo sviluppo di colonie su MEA ogni 24 ore ed effettuare la conta delle colonie presenti per ogni piastra.

Preparare un saggio di controllo (bianco) per controllare l'assenza di contaminazioni durante l'allestimento della prova. Per ogni terreno di coltura, può essere utile l'osservazione al microscopio ottico di alcune colonie prese casualmente, a conferma dell'appartenenza al gruppo microbico atteso.

5.6 CALCOLO DEI RISULTATI

1. Finito il periodo di incubazione, contare le colonie sviluppatesi.
2. Se risultasse impossibile contare le colonie derivanti dalla filtrazione dei 50 ml di soluzione estraente, prendere in considerazione quelle da 5 ml, oppure quelle ottenute per spandimento (0,5 ml).
3. Considerare solo le piastre contenenti al massimo 150 UFC.
4. In base al numero dei replicati, calcolare il numero medio delle UFC.

$$\frac{\text{Volume soluzione di estrazione} \times \text{n° Medio UFC}}{\text{Volume filtrato (50 ml o 5 ml)} \times \text{n° Tappi analizzati}} \times 1/F = \text{UFC/tappo}$$

1/F = eventuali diluizioni (nel corso di campioni ad elevata carica microbica).
F = fattore di diluizione.

Nota 1

Nel caso di problemi di leggibilità delle piastre (numero eccessivo di colonie) si ripete l'estrazione e si effettuano opportune diluizioni in soluzione di Ringer/fisiologica prima della semina in piastra. Considerare le diluizioni effettuate nel calcolo UFC/tappo.
1/F = eventuali diluizioni (nel corso di campioni ad elevata carica microbica).

Nota 2

Si ricorda che nella norma UNI 10895: 2001 – Analisi Microbiologica per lieviti, muffe e batteri, sono riportati dei valori guida pari a **30 UFC/tappo** per i **batteri** e **10 UFC/tappo** per **muffe** e **lieviti**.

Metodo n. 6
Resistenza alla bollitura

6.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

La prova ha lo scopo di permettere una valutazione dello stato di affidabilità dell'operazione industriale dell'incollaggio senza l'ausilio di apparecchi dedicati.

6.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce il metodo di prova per la determinazione della **Resistenza alla bollitura** sulle matrici di seguito elencate. La prova può essere eseguita per verificare sia la resistenza dell'agglomerato (test sull'agglomerato) sia quella delle rondelle (test sulle rondelle). Da ora in poi per brevità **Resistenza alla bollitura** sarà indicato con la sigla **RB**.

Matrice
Tappi in sughero tecnici
Tappi in sughero per spumanti

6.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti reattivi:

Reagente
Acqua distillata

6.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti materiali:

- Becker da 1 o 2 l.

6.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**

L'esecuzione della prova **RB** si articola attraverso le seguenti fasi:

- I campioni vengono posti in un becker da 1 l contenente un volume di circa 400-500 ml di acqua distillata, disposti in maniera che risultino completamente immersi (sovrapporre un becker con acqua).
- Portare ad ebollizione l'acqua.
- Dopo 10 minuti si verifica la tenuta delle rondelle (**test sulle rondelle**).
- I tappi vengono estratti dalla soluzione e valutati visivamente senza esercitare alcuna forza.
- Dopo 1 ora viene verificata la tenuta dell'agglomerato (**test sull'agglomerato**).

6.6 CALCOLO DEI RISULTATI

L'esame dei risultati è di tipo visivo, e viene espresso come:

- Assenza o presenza di distacco completo delle rondelle (difetto bloccante, in caso di presenza anche di 1 solo tappo con distacco della rondella, il campione è da considerarsi non conforme).
- Presenza di fessurazioni gravi lungo l'interfaccia rondella-agglomerato (**sono considerate gravi le fessurazioni con lunghezza > 5 mm e profondità > di 1/3 del diametro del tappo in analisi**); tali fessurazioni sono ammesse con una percentuale massima di accettabilità pari al 2%. Ad esempio in un test condotto su 50 pezzi, è ammesso al massimo un tappo con difetto critico (= 2%). Se il test è condotto su 10 o 20 pezzi, non sono ammessi difetti gravi così come descritti.
- Assenza o presenza di disaggregazione dell'agglomerato (difetto bloccante, in caso di presenza anche di un solo tappo con disaggregazione dell'agglomerato, il campione è da considerarsi non conforme).

Metodo n. 7
Tenuta al liquido

7.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

Lo scopo di questo controllo è quello di simulare un'operazione di tappatura e verificare il comportamento dei tappi sottoponendoli ad un contatto immediato con un liquido simulante il vino ad una pressione definita.
Il test indica quindi se le caratteristiche del tappo sono tali da garantire un'adeguata tenuta al liquido durante l'imbottigliamento ed il successivo mantenimento in bottiglia del vino.

Dopo la tappatura i campioni vengono sottoposti immediatamente a presenza di liquido e pressione (fino a 1 bar per i tappi naturali o monopezzo, fino a 2,5 bar per i tecnici); dopo un certo periodo di tempo viene valutata la "progressione" del liquido all'interfaccia tappo-contenitore.

7.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per l'esecuzione della **Prova di Tenuta al liquido**.
Da ora in poi per brevità **Tenuta al liquido** sarà indicato con la sigla **TL**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturali	Numero tappi colati e % di progressione della colorazione
Tappi in sughero tecnici	

7.3 REATTIVI

- Orange II (Grado di purezza P.a.)
- Etanolo (Grado di purezza P.a.)
- Soluzione colorata al 10% in etanolo (Grado di purezza P.a.)

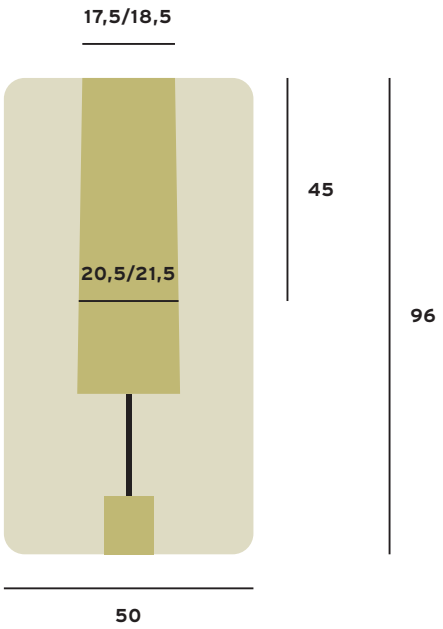
7.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Attrezzature

- Strumento per il controllo della tenuta dei tappi dotato di manometro in linea per il controllo delle pressioni applicate.
- Tubi in vetro o policarbonato con diametro rasobocca di 17,5 mm o 18,5 mm ± 0,5 mm, profilo cilindrico o conico (da 17,5 a 20,5 mm o da 18,5 a 21,5 mm a 45 mm di profondità).
- Tappatrice automatica da laboratorio a 4 ganasce.

Figura 2
Esempio di tubo in policarbonato con dimensioni standard espresse in millimetri.



Apparecchiature

- Calibro digitale centesimale

7.5 PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**
L'esecuzione della prova **TL** si articola attraverso le seguenti fasi:

Preparazione dei campioni

I tappi in analisi devono essere stati precedentemente stabilizzati alle normali condizioni di laboratorio (temperatura 25° ± 2° e umidità 60% ± 5%) e sottoposti al controllo.

Prove fisiche

Vengono esclusi dalla prova tappi con evidenti difetti superficiali o tappati in maniera non corretta.
Utilizzando la macchina tappatrice, inserire i tappi nei tubi appropriati (17,5 mm o 18,5 mm di diametro iniziale) come da tabella sottostante:

Tipo vino*	Diametro tappo*	Tubo da utilizzare*
Fermo	< 26 mm	17,5 mm
Fermo	≥ 26 mm	18,5 mm
Frizzante	Qualsiasi	17,5 mm

* Possibili combinazioni per il rapporto tappo-rasobocca.

Una volta terminate le operazioni di tappatura, si attende 1 ora per la stabilizzazione del tappo quindi si introducono 4 ml di soluzione colorata all'interno di ogni tubo dalla parte filettata.

Esecuzione della prova

1 Aprire il rubinetto principale dell'aria compressa fino a 2,5 bar.

2 Connettere i tubi allo strumento controllando che non ci siano perdite immediate di liquido.

3a Tappi naturali

- Applicare una pressione pari a 0,5 bar utilizzando la valvola alla base dello strumento.
- Aspettare 30' per la stabilizzazione del tappo.
- Aumentare la pressione a 1 bar, aspettare altri 30', misurare con il calibro la progressione della soluzione sulla superficie del tappo, controllare se ci sono tappi che perdono e se c'è stata caduta di pressione.
- Registrare su apposito modulo: % di colorazione dei tappi, valore medio e numero di tappi difettosi.

3b Tappi tecnici

- Applicare una pressione pari a 1 bar utilizzando la valvola alla base dello strumento.
- Aspettare 30' per la stabilizzazione del tappo.
- Aumentare la pressione a 2,5 bar ed aspettare per 120 minuti.
- Misurare con il calibro la progressione della soluzione sulla superficie del tappo, controllare se ci sono tappi che perdono e se c'è stata caduta di pressione.
- Registrare per ogni tappo quanto osservato nel corso della prova.

7.6 INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Il risultato finale è una valutazione del comportamento dei tappi in misura percentuale (mm misurati medi/lunghezza reale del tappo x 100), sul numero di tappi in analisi, della colorazione superficiale del tappo dopo il tempo di prova.

Figura 3
Campione di tappi naturali dopo 30' di pressione a 1 bar.

Figura 4
Campione di tappi tecnici dopo 120' di pressione a 2,5 bar.

Al termine del tempo di prova, si smontano i tubi e si fa una valutazione della prova su due livelli differenti:

Livello 1
È un livello critico in cui si valuta la fuoriuscita di liquido (colatura e/o trafilamento).

Livello 2
Si valuta la progressione del liquido all'interfaccia tappo-contenitore.

Il risultato della prova è dato come numero di tappi colati sul numero di tappi analizzati e come percentuale di progressione del liquido colorato sulla lunghezza del tappo.

Figura 5
Tappo tecnico con esempio di Livello 1.

Figura 6
Tappo naturale con evidente progressione del liquido.

Figura 7
Tappo naturale con esempio di Livello 2.

In caso di difettosità la stessa deve essere confermata dalla ripetizione dell'analisi; in assenza di tappi difettosi la percentuale di colorazione dà un'indicazione qualitativa del comportamento del tappo nei confronti del liquido in funzione della pressione.

Metodo n. 8

Cessione sostanze ossidanti

8.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

Nell'ottica dei nuovi standard sulla sicurezza alimentare, risulta essere estremamente importante che il materiale utilizzato nella tappatura dei vini sia privo di sostanze che possano interferire nella conservabilità dei vini o indirettamente nel loro profilo gustativo-aromatico.
La presenza di sostanze residue dei lavaggi del sughero ha anche come rischio una possibile leggera diminuzione del contenuto in SO_2 nel vino stesso.

Il valore massimo espresso in questa metodica rispecchia quanto già stabilito in sede comunitaria dallo standard europeo per l'industria del sughero CE Liège e riportato nelle G.M.P. Systecode 5° edizione www.celiege.com.

8.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio i metodi di prova per la determinazione della **Cessione sostanze ossidanti**. Da ora in poi per brevità **Cessione sostanze ossidanti** sarà indicato con la sigla **CSO**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturali Tappi in sughero tecnici Tappi in sughero per spumanti	0-20 mg O_2 tappo

8.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti reattivi:

- Acido acetico glaciale
- Ioduro di potassio
- Salda d'amido 1%
- Acido solforico 50%
- Tiosolfato di Sodio N/100

8.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Materiali ed Attrezzature

- Piastra rotante
- Agitatore
- Flaconi tappo a vite da 1 litro
- Becker da 1 litro
- Pipette tarate classe A da 2 ml a tacca singola
- Buretta tarata classe A da 25 ml
- Ancoretta magnetica

Apparecchiature

- Bilancia Tecnica

8.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**

L'esecuzione della prova **CSO** si articola attraverso le seguenti fasi:

Preparazione della soluzione reattiva-estraente

- Preparare 1 litro di soluzione contenente: 20 g di ioduro di potassio, 2 ml di acido acetico glaciale e 25 ml di salda d'amido.

Preparazione dei campioni

- I campioni di tappi vanno conservati accuratamente nella loro confezione originale accuratamente sigillata ed analizzati entro 4 giorni dal momento della loro consegna in laboratorio.
- In un flacone con tappo a vite versare 500 ml di soluzione estraente ed aggiungere i tappi.
- Preparare anche una "prova in bianco" (senza tappi).
- Mettere i flaconi per 30 minuti su piastra rotante (200 RPM).

Dosaggio

- Trascorso questo tempo togliere i tappi e verificare la comparsa di colorazione.
- La prova in bianco deve rimanere incolore, in caso contrario ripetere l'analisi.
- Se la soluzione rimane incolore la prova è negativa.
- In caso di comparsa di colorazione (grigio scuro, nero) la prova è positiva.
- Se si vuole quantificare, procedere con la titolazione. Aggiungere 1,2 ml di acido solforico e titolare, agitando con la soluzione di tiosolfato fino al viraggio dell'indicatore evidenziato dalla variazione netta di colore da nero a incolore.

8.6 CALCOLO DEI RISULTATI

Sostanze ossidanti

Il tenore in sostanze ossidanti cedute nella determinazione, espresse in mg di O_2 per tappo, si ottiene dal seguente calcolo:

$$\frac{(n_1 - n_2) \times 0{,}16}{n}$$

n: il numero dei tappi sottoposti a prova.
n_1: volume del tiosolfato utilizzato per il campione.
n_2: volume del tiosolfato utilizzato per il campione in bianco.

Si ricorda inoltre che la massima quantità permessa di perossido di idrogeno equivale ad una riduzione di circa 0,4 mg di SO_2 totale.

Metodo n. 9
Cessione polveri

9.1 INTRODUZIONE ALLA METODICA

La cessione di polvere da parte del tappo durante le normali procedure di tappatura è un fenomeno che può portare alla presenza in sospensione o sul fondo della bottiglia di vino di particelle di sughero di svariate dimensioni; questo può essere causa di non conformità del prodotto finito.
Questo parametro risulta quindi fondamentale per la valutazione del comportamento del tappo durante le fasi di tappatura.

La prova si esegue utilizzando una normale tappatrice a quattro ganasce (il più possibile simile ad un impianto di linea), simulando una normale tappatura, e raccogliendo i tappi in esame in un contenitore apposito.
La quantità di materiale recuperato viene divisa per il numero di tappi e fornisce così il contributo medio per tappo.

9.2 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per la determinazione della **Cessione polveri**. Da ora in poi per brevità **Cessione polveri** sarà indicato con la sigla **CP**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturali Tappi in sughero tecnici Tappi in sughero per spumanti	0-5 mg/tappo

9.3 REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti reattivi:

- Acqua distillata

9.4 MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Materiali e attrezzature

- Tappatrice automatica da laboratorio a 4 ganasce
- Carta da filtro con porosità 1,2 μm
- Stufa termoregolata a 105 °C
- Essicatore
- Contenitore in vetro da 2 litri di capacità con collo largo
- Pinza metallica
- Sistema di filtrazione a vuoto
- Spruzzetta

Apparecchiature

- Bilancia Analitica

9.5 SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Le istruzioni relative al campionamento ed alla numerosità dei tappi da utilizzare per l'analisi sono riportate all'interno della tabella dell'**Allegato 3 – Istruzione Tecnica Campionamento.**
L'esecuzione della prova **CP** si articola attraverso le seguenti fasi:

Preparazione tappatrice

Pulire accuratamente la tappatrice per rimuovere eventuale polvere e/o frammenti derivati da tappature precedenti.

Preparazione filtro

1. Porre un filtro in un pesafiltro numerato e porlo in stufa a 105 °C per 8 ore.
2. Trascorso il tempo richiesto, raffreddare il pesafiltri contenente il filtro in essicatore per 30 minuti e quindi pesarlo (sia m_1 il peso in grammi).

Lavaggio e pesatura polveri

I campioni vengono sottoposti ad una prova di tappatura "a vuoto" per mezzo della macchina tappatrice.

1. Si pone un becker da 2 litri sotto la macchina tappatrice, si inserisce il tappo nell'apposito sito e si esegue la tappatura. Finita questa operazione il tappo viene espulso automaticamente nel becker sottostante.
2. Si ripete questa operazione per il numero di tappi sottoposti ad analisi raccogliendoli tutti nel medesimo becker.
3. Una volta completata la sequenza di tappature, si preleva con le pinze un tappo alla volta avendo cura di risciacquarlo delicatamente con acqua distillata facendo in modo di raccogliere tutte le particelle di polvere nel becker che ha raccolto i tappi.
4. L'acqua raccolta nel becker viene filtrata, usando l'accortezza di sciacquare le pareti del becker e del contenitore del filtro, attraverso il filtro precedentemente essiccato e pesato.
5. Rimuovere con una pinza il filtro, riporlo nel suo pesafiltri e metterlo in stufa per almeno 8 ore a 105 °C.
6. Trascorso il tempo richiesto, raffreddare il pesafiltro in essiccatore per 30 minuti e quindi pesarlo (sia m_2 il peso in grammi).

9.6 CALCOLO DEI RISULTATI

Il risultato finale viene espresso in mg di polvere ceduta per tappo, mediante la formula:

$(m_2 - m_1)/n \times 1000$

n: numero di tappi utilizzati in ciascuna determinazione.

Espressione del risultato

0,0 mg polvere/tappo (valore medio).

Parte seconda

Allegati

Allegato 1

Osservazioni sulla determinazione del 2,4,6-tricloroanisolo (TCA)

Storicamente il principale problema legato all'utilizzo dei tappi di sughero nella tappatura dei vini è il cosiddetto "sapore di tappo" o, più precisamente, l'anomalia gusto-olfattiva definita dagli specialisti dell'analisi sensoriale come odore/gusto di "muffa", "cantina", "straccio bagnato".
Esiste un'ampia letteratura scientifica che dimostra come questa anomalia non sia un'esclusiva del mondo enologico, ma possa essere presente in altre matrici quali gli alimenti freschi e conservati e le acque potabili; è stato inoltre assodato che le principali sostanze responsabili sono metaboliti prodotti da diverse specie microbiche presenti nell'ambiente.

Per quanto riguarda l'interazione tappo/vino, si è calcolato che il 2,4,6-tricloroanisolo (TCA) sia responsabile del difetto di muffa in almeno i due terzi dei casi in cui tale sentore anomalo è stato rilevato. Questa sostanza è importante anche perché possiede una soglia di percezione sensoriale molto bassa: pur mancando di indicazioni pienamente condivise nei settori di competenza, si può stimare che la soglia di percezione olfattiva del TCA si situi nell'intervallo **4-10 ng/litro** (variabile in dipendenza del tipo di vino).

Ciò giustifica l'attività scientifica e tecnologica svolta negli ultimi anni allo scopo di approfondire la conoscenza dei fenomeni responsabili di contaminazione di tappi e vini e di introdurre nella filiera produttiva del sughero sistemi di abbattimento della contaminazione microbica e di eliminazione del TCA; un'intensa attività di messa a punto di metodi analitici è anche stata svolta.

Nel 2007 è stata pubblicata la norma ISO 20752, relativa alla determinazione del TCA rilasciabile dai tappi in sughero. Il principio del metodo è il seguente:

- Macerazione del tappo intero (tappatura raso-bocca) o delle rondelle + 1 cm di agglomerato (tappatura per vini effervescenti) in soluzione idroalcolica al 12% (v/v).
- Micro-estrazione in fase solida.
- Determinazione e quantificazione per GC/MS o GC/ECD.

Nota
Work in progress: il gruppo di lavoro sta approfondendo attualmente le problematiche relative alla determinazione e anche alla trasposizione dei risultati analitici.

Allegato 2
Cessione sostanze tanniche

INTRODUZIONE ALLA METODICA

Questa metodica è da utilizzare in caso che venga espressamente richiesto tra le parti.
La presenza di sostanze tanniche è fattore comune a tutte le essenze legnose in quanto queste sostanze hanno la proprietà di ritardare fortemente l'avanzare della marcescenza e difendere con la loro struttura attiva le piante dagli attacchi degli insetti fitofagi.
Queste proprietà, benefiche per la pianta, possono influire sul profilo sensoriale del vino se il sughero non è stato sufficientemente stabilizzato nel corso della stagionatura.

SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per la determinazione dei **tannini**. Da ora in poi per brevità **Tannini Lettura spettrofotometrica** sarà indicato con la sigla **TLS**.

Matrice	Campo di misura e/o di prova
Tappi in sughero naturali Tappi in sughero tecnici Tappi in sughero per spumanti	0-5% tannini tappo

REATTIVI

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari i seguenti reattivi:

- Acido tannico–soluzione 0,1 g/l (Grado di purezza P.a.) in acqua o in alcool
- Reattivo di Folin-Denis (Grado di purezza P.a.)
- Acqua distillata
- Sodio carbonato sol. satura (Grado di purezza P.a.)

Preparazione delle soluzioni

Reattivo di Folin-Denis

Il prodotto è disponibile commercialmente o può essere preparato come riportato di seguito:

- A 750 ml di acqua distillata aggiungere 100 g di Na_2WO_4 x $2H_2O$, 20 g di acido fosfomolibdico e 50 ml di H_3PO_4.
- Distillare a riflusso per 2 ore, raffreddare e portare a volume di 1 l.

Soluzione satura di sodio carbonato Na_2CO_3

Pesare 25 g di sodio carbonato anidro e portare a volume di 100 ml con acqua distillata, disciogliere a 70-80 °C; lasciare stabilizzare una notte, filtrare su imbuto filtrante con dischi in vetro sinterizzato.

Soluzione di acido tannico 0,1 g/l (in acqua o in alcool)

Preparare la soluzione fresca per ogni determinazione.

MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova sono necessari:

Attrezzature e materiali

- Carta da filtro Whatman n. 1
- Imbuti filtranti con disco in vetro sinterizzato di porosità 4 (11-16 μm)
- Piastra riscaldante
- Bilancia analitica
- Spettrofotometro UV-Vis e cuvette con cammino ottico 1 cm
- Becher di vetro da 1 litro
- Pipetta automatica da 1-5 ml
- Matracci in vetro da 50 ml classe A

SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

L'esecuzione della prova **TLS** si articola attraverso le seguenti fasi:

Calibrazione dello spettrofotometro UV-Vis

Preparare una soluzione madre 100 ppm in acido tannico (pesare accuratamente 10 mg di acido tannico, trasferirli in un matraccio tarato da 100 ml e portare a volume con acqua distillata).

Utilizzando questa soluzione preparare 5 standard 0-1,5-2-4-8 ppm in acido tannico: con la buretta prelevare rispettivamente 0-1,5-2-4 e 8 ml della soluzione 100 ppm, trasferirli in matracci tarati da 100ml contenenti circa 20 ml di acqua distillata, trasferire con pipetta in ciascun matraccio 5 ml di reattivo di Folin – Denis e 10 ml di sodio carbonato in soluzione satura. Portare a volume con acqua distillata. Tappare e agitare gli standard capovolgendo i matracci 2-3 volte e attendere per circa 30 minuti.

Selezionare nello spettrofotometro UV-Vis la lunghezza d'onda di 760 nm.

Preparare la retta di calibrazione: effettuare la lettura dello standard 0 ppm per eseguire l'autozero dello strumento, proseguire con la lettura degli altri standard iniziando da quello a concentrazione minore rilevando i valori di assorbanza.

Utilizzando le coppie di valori concentrazione/assorbanza, calcolare il coefficiente di correlazione della retta di calibrazione. Il coefficiente di correlazione deve essere $\geq$ 0,975.

Nota
Per costruire la retta di calibrazione utilizzare sempre una soluzione madre e standard di acido tannico preparati al momento.

Preparazione dei campioni

Porre 6 tappi nei becker da 1 litro e aggiungere 400 ml di acqua distillata.

Preparare un becker supplementare per la prova in bianco. Tenere i campioni in contatto con la soluzione per 24 ore, poi procedere alla lettura spettrofotometrica.

Lettura dei campioni

Filtrare il contenuto di ciascuna bottiglia su carta da filtro Whatman 1, trasferire 5 ml di ciascuna soluzione in matracci tarati da 50 ml, 0,5 ml di sodio carbonato soluzione satura e aggiungere 2,5 ml di Reattivo di Folin-Denis.
Portare a volume con acqua distillata.
Tappare i matracci, agitare capovolgendoli 2-3 volte e attendere i 30 minuti.
Impostare nello spettrofotometro UV-Vis la lunghezza d'onda di 760 nm e, utilizzando la retta di calibrazione costruita precedentemente, effettuare la lettura della prova in bianco per eseguire l'autozero dello strumento.
Procedere alla lettura dei campioni utilizzando la prova in bianco come riferimento.

Nota
Se la lettura dei campioni presenta valori di assorbanza al di fuori dell'intervallo di concentrazione degli standard utilizzati per la calibrazione dello strumento, ripetere l'analisi prelevando aliquote diverse del mezzo di estrazione.

CALCOLO DEI RISULTATI

Tannini

Calcolare per ciascun campione la quantità di tannini, espressa in mg di acido tannico per tappo, ceduta al mezzo di estrazione con la seguente formula:

$$\text{mg acido tannico/tappo} = \frac{(c) \times V}{F \times n}$$

(c): è la concentrazione, in ppm di acido tannico, rilevata dalle letture spettrofotometriche dei campioni;
V: è il volume del mezzo di estrazione in litri;
F: è il rapporto di diluizione delle soluzioni utilizzate per la lettura (rapporto fra l'aliquota prelevata dal mezzo di estrazione ed il volume delle soluzioni preparate per le letture);
n: è il numero di tappi utilizzati in ciascuna determinazione.

Arrotondare i valori al decimo di milligrammo più vicino.

Allegato 3

Istruzione tecnica campionamento

SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce le modalità di campionamento dei tappi per le diverse tipologie d'analisi; tale istruzione si applica a tutti i campioni di tappi ricevuti.

SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

Per il campionamento la norma di riferimento è la **UNI ISO 2859/1 (1993) Procedimenti di campionamento nel collaudo per attributi**. Ovviamente, se concordato tra le parti, si può fare riferimento ad un piano di campionamento semplificato, come quello indicato di seguito, estrapolato dalla medesima norma.
I piani di campionamento di questo norma tengono conto della numerosità del lotto in esame ed in base a questo prevedono diverse numerosità dei campioni.

Definizione quantità da campionare

Nella seguente tabella viene suggerito il livello minimo di campionamento da utilizzare in funzione della numerosità del lotto e del tipo di controllo che si intende eseguire.

Dimensione lotto (n. tappi) Da	A	Tappi da prelevare Controllo completo	N. tappi su n. sacchi da 1.000 pz. Almeno
10.000	35.000	150	15/10
35.001	150.000	200	10/20
150.001	500.000	350	15/20
500.001	oltre	500	20/25

Definizione modalità di prelievo

- Il campione di tappi va riposto in breve tempo all'interno di un sacchetto di plastica, meglio se chiuso ermeticamente, ed eventualmente spedito all'interno di una scatola di cartone.
- I campioni di tappi vanno conservati accuratamente nella loro confezione originale ed analizzati nel minor tempo possibile dal momento della loro consegna in laboratorio.

Nel caso di campione che deve subire il controllo microbiologico, devono essere campionati separatamente (all'interno nel numero previsto) i tappi necessari; per questi tappi il prelievo deve avvenire in condizioni di asepsi (o asetticità) e quindi:

1. Per tutta la durata delle operazioni utilizzare sempre guanti in lattice monouso.
2. Utilizzare contenitori adatti (sacchetti monouso sterili o almeno sacchetti tipo "freezer").
3. Chiudere ermeticamente i sacchetti ed etichettarli.
4. Eventualmente, conservare in frigo a 4 °C.

TABELLA CAMPIONAMENTO, TOLLERANZE, ACCETTABILITÀ

Istruzione Tecnica di Campionamento – Documento Informativo*

Metodica	Parametro	Tappi analizzati	
		Tipo tappo	Numero
Metodo n. 1 – **Controllo sensoriale**	Controllo sensoriale	tutti	100
Metodo n. 2 – **Prove fisiche**	Lunghezza (mm)	tutti	40
	Diametro (mm)	tutti	40
	Ovalizzazione (mm)	naturale	40
		tecnico	40
	Massa volumica apparente (kg/m^3)	naturale	40
		tecnico	40
Metodo n. 3 – **Umidità con stufa**	Umidità (%)	tutti	40
Metodo n. 4 – **Forza di estrazione**	Estrazione (daN)	naturale	12
		tecnico	12
Metodo n. 5 – **Controllo microbiologico**	Muffe (UFC/tappo)	tutti	24
	Batteri (UFC/tappo)	tutti	24
	Lieviti (UFC/tappo)	tutti	24
Metodo n. 6 – **Resistenza alla bollitura**	Test di bollitura	distacco rondelle	10-24
		disaggregazione agglomerato	10-24
Metodo n. 7 – **Tenuta al liquido**	Tenuta al liquido		
	n. tappi colati (Liv. 1)	tutti	12
	% assorbimento (Liv. 2)	tutti	12
Metodo n. 8 – **Cessione sostanze ossidanti**	Cessione perossidi		
	(mg O_2/tappo)	tutti	8
Metodo n. 9 – **Cessione polveri**	Cessione polveri		
	(mg/tappo)	naturale	8
		tecnico	8

Nota 1
Il superamento del range di accettabilità comporta la non conformità del lotto.

Nota 2
Le condizioni di prova, se non espressamente indicato o richiesto, si intendono eseguite a condizioni di temperatura e umidità standard (25 °C +/- 2 °C e 75% U.R. +/- 5%).

* I valori riportati in tabella non costituiscono dei valori di riferimento ufficiali, ma rappresentano solo dei valori "guida" elaborati dalle associazioni dei produttori e degli utilizzatori del presente gruppo di lavoro.

** Rapporto percentuale fra deviazione standard e media.

Coefficiente variazione %**	Valori ottimali Range Min - Max ottimale	Accettabilità fornitura Range Min - Max ottimale
-	0	≤2%
<5	dichiarato +/- 0,4	dichiarato +/- 0,6
<5	dichiarato +/- 0,3	dichiarato +/- 0,5
<5	0-0,5	-
<5	0-0,3	-
<15	160-220	130-225
<10	250-290	230-310
<15	4-7	3-8
<20	20-35	15-40
<10	25-40	15-45
-	0	<10
-	0	<30
-	0	<10
-	0	0 (Assente)
-	0	0 (Assente)
-	0	0 (Assente)
-	0	≤50%
-	0	<0,2
-	-	<1,5
-	-	<0,5

Allegato 4
Legenda e bibliografia

LEGENDA

CS
Controllo sensoriale

PF
Prove fisiche

US
Umidità con stufa

FS
Forza di estrazione

UFC
Unità formato colonia

RB
Resistenza alla bollitura

TL
Tenuta al liquido

CSO
Cessione sostanze ossidanti

CP
Cessione polveri

TLS
Tannini lettura spettrofotometrica

ITC
Istruzione tecnica campionamento

BIBLIOGRAFIA

Documenti tecnici

Stazione Sperimentale del Sughero, Università Cattolica del Sacro Cuore – Piacenza – **"Disciplinare sulla produzione ed utilizzo del sughero in enologia"** – Tempio Pausania SS – Piacenza – 1996.

Confédération Européenne du Liège – **"Codice internazionale per la produzione dei tappi di sughero"** – Versione 5 (Systecode C.E. Liège). Disponibile all'indirizzo: www.celiege.com.

Norme tecniche

ISO 10106: 2003
Tappi in sughero – Determinazione della migrazione globale.

ISO 22308: 2005
Tappi in sughero – Analisi sensoriale.

ISO 21128: 2006
Titolazione iodometrica ossidanti residui.

ISO 9727: 2007
Tappi cilindrici di sughero naturale – Prove fisiche – Metodi di riferimento.

ISO 20752: 2007
Tappi in sughero – Determinazione del 2,4,6-tricloroanisolo rilasciabile.

UNI ISO 2859/1: 1993
Procedimenti di campionamento nel collaudo per attributi.

UNI 10895: 2001
Analisi Microbiologica per lieviti, muffe e batteri.

Metodo n. 10

Classificazione visiva di tappi e rondelle

INTRODUZIONE ALLA METODICA

È ancora la base di valutazione per l'acquisto e la vendita. Si ricorda che i progressi tecnologici stanno generando un nuovo concetto di "qualità" del sughero, spostando l'orizzonte da un approccio di tipo estetico, ad un approccio di tipo funzionale, come è giusto che sia in una chiusura utilizzata nel packaging alimentare. L'aspetto che deve essere maggiormente considerato è quello dei cosiddetti "difetti critici", ossia di quelle menomazioni o mancanze che non permettono al tappo sia esso monopezzo che tecnico di adempiere alla sua principale funzione che è quella di chiudere.

SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura definisce in dettaglio il metodo di prova per la suddivisione dei tappi nelle varie categorie di seguito elencate e può essere anche utilizzata per la ricerca della presenza di difetti critici nei tappi. Lo scopo principale della presente è di verificare la conformità del campione alle condizioni standard di fornitura (assenza di difetti) salvo indicazioni particolari concordate fra le parti.
Contemporaneamente il campione viene classificato, mediante l'utilizzo delle foto di riferimento, nelle quattro classi fondamentali, per verificarne l'aderenza alle specifiche richieste.

Matrice	Classificazione in categorie
Tappi in sughero naturali	
Tappi in sughero tecnici	A – B – C – D
Tappi in sughero per spumanti	

Per l'esecuzione di questa prova non sono necessari reattivi.

MATERIALI ED APPARECCHIATURE

Per l'esecuzione di questa prova non sono necessari particolari materiali ed apparecchiature; il test è eseguito da personale addestrato utilizzando standard fotografici sia per i difetti che per le diverse classi di qualità.

SCHEMA DEL PROCEDIMENTO

La prova viene effettuata campionando 100 o 200 pezzi dal campione in analisi a seconda della dimensione del lotto (100 pezzi per lotti fino a 150.000 tappi, 200 pezzi per numerosità superiore).

- Si verifica la presenza di difetti gravi tramite confronto con fotografie digitali a disposizione in laboratorio.
- In caso di assenza di difetti gravi, si esegue la suddivisione dei tappi in 4 classi di qualità superficiale, utilizzando i riferimenti fotografici standard.

CALCOLO DEI RISULTATI

Si riportano i numeri dei tappi appartenenti alle varie classi e la relativa percentuale.
Nell'**Allegato "Classificazione visiva di tappi e rondelle"** sono disponibili delle tavole di riferimento per la classificazione.
Si suggerisce di osservare una tolleranza del +/- 5% rispetto a quanto dichiarato dal fornitore.

Tappi cilindrici in sughero naturale monopezzo 26x44 mm

Classe A

Classe B

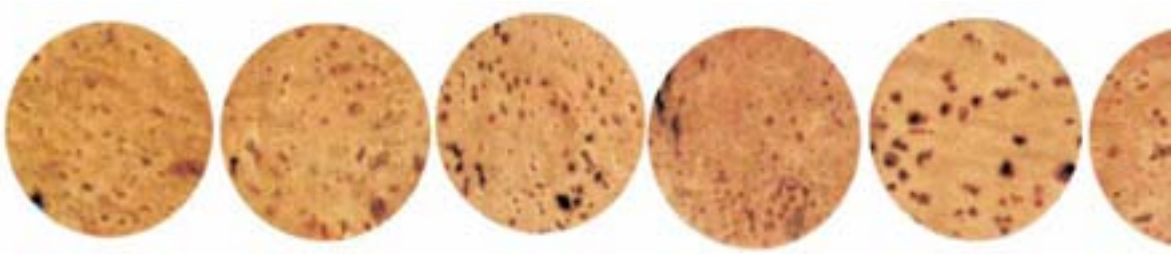
Classe C

Classe D

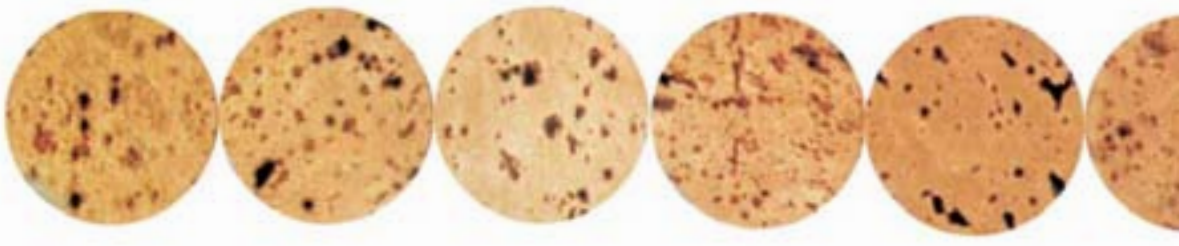
Rondelle in sughero naturale 34x6 mm

Classe A

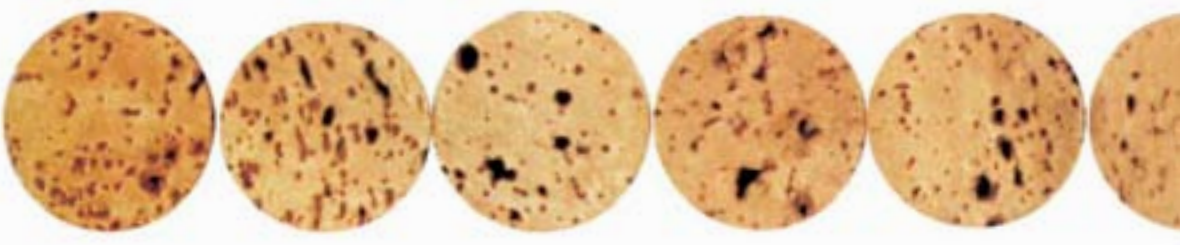
Classe B

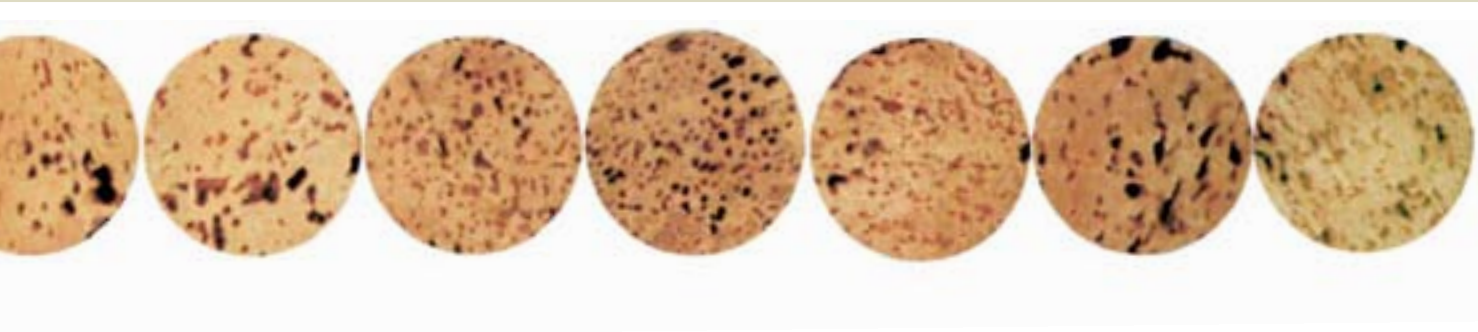


Classe C



Classe D





Protegge il gusto

Il sughero e il vino hanno un legame secolare e la storia di uno non può essere narrata senza fare riferimento all'altro. Il tappo di sughero possiede qualità ineguagliabili che finora l'ingegno non è riuscito ad imitare o superare. Preserva la tradizione, la qualità del vino e lo charme di stappare una bottiglia nel momento giusto. Il tappo di sughero protegge il gusto, lo charme e la natura.

ilsughero.org facebook.com/IoStoColSughero

il sughero si prende cura delle cose buone.

APCOR

rilegno

COMPETE

QUADRO DE REFERÊNCIA ESTRATÉGICO NACIONAL

UNIÃO EUROPEIA

CORK

AGRIS Sardegna
Dipartimento della Ricerca
per il Sughero e la Silvicoltura
Via Limbara, 9
07029 Tempio Pausania (OT)
T. +39 079 672203
F. +39 079 671113
www.sardegnaagricoltura.it

Assoimballaggi
di FederlegnoArredo
Foro Buonaparte, 65
20121 Milano (MI)
T. +39 02 806041
F. +39 02 80604392
www.federlegnoarredo.it

Unione Italiana Vini
Via S. Vittore al Teatro, 3
20121 Milano (MI)
T. +39 02 7222281
F. +39 02 866226
www.uiv.it

Università Cattolica
del Sacro Cuore
Facoltà di Agraria
Istituto di Enologia e
Ingegneria Agro-Alimentare
Via Emilia Parmense, 84
29122 Piacenza (PC)
T. +39 0523 599230
F. +39 0523 599232
piacenza.unicatt.it

Agris
Agenzia regionale
per la ricerca in agricoltura

REGIONE AUTONOMA DELLA SARDEGNA

ASSOIMBALLAGGI
ASSOCIAZIONE FEDERLEGNOARREDO

UNIONE ITALIANA VINI

UNIVERSITÀ CATTOLICA DEL SACRO CUORE
ISTITUTO DI ENOLOGIA