





I.T.I. "STANISLAO CANNIZZARO" CATANIA



PROGETTO POR SICILIA Misura 6.07 b.2 "Internazionalizzazione dell'economia siciliana"

"L'industria agroalimentare nei paesi del bacino del Mediterraneo in vista dell'allargamento dell'Unione Europea"

STUDENTI

Aiello, Bonaccorsi, Caltabiano, Canfarelli, Cianciolo, Concorso, Condorelli, Di Mauro Galeno, Gentile, Licandro, Licciardello, Maraffino, Marsiano, Munzone, Petroliti Prezzavento, Privitera, Rabuazzo, Saraca, Scalia, Scuderi, Signorelli, Speranza Vittorio, Zaffiro, Zizzo.

DOCENTI

Prof.ssa A.Percolla, Prof.ssa M.Palermo, Prof.ssa S.Bergamo, Dott.ssa G.Avarino

Introduzione

Il programma ministeriale di "Analisi Chimica" nella quinta classe della sezione Chimica degli Istituti Tecnici Industriali prevede in appena otto ore settimanali non solo una conoscenza completa dei diversi metodi operativi di analisi ma anche una discreta conoscenza dei principi teorici, degli strumenti adoperati insieme al trattamento statistico dei dati analitici.

Il progetto POR "L'industria agroalimentare" ha permesso agli allievi della classe VA Chimica di accrescere le proprie conoscenze non solo nel campo dell'Industria agroalimentare ma anche nel campo delle metodiche utilizzate per l'Analisi Chimica degli alimenti

Le esercitazioni di laboratorio sono state semplici da eseguire ma significative dal punto di vista concettuale.

Le scelte di fondo, per il lavoro di laboratorio che è stato sviluppato durante il corso, sono state:

a) scelta di argomenti tali da rendere didatticamente omogenei gli aspetti teorici e pratici sviluppati nel corso di "Analisi Chimica"
b)conseguimento di una discreta manualità nelle operazioni di laboratorio c)acquisizione di un metodo valido a livello generale per la raccolta e la diffusione dei dati sperimentali

Questa relazione, oltre a rappresentare le scelte didattiche dell'insegnante, dimostra l'impegno mostrato dagli studenti durante il corso. Si deve infatti tenere conto che le relazioni qui raccolte rappresentano la fase conclusiva di un lavoro protrattosi durante 16 ore di attività laboratoriale.

Tale lavoro si è sviluppato secondo le seguenti fasi:

- 1) illustrazione da parte dell'insegnante degli aspetti teorici e metodologico organizzativi del lavoro sperimentale
- 2) esecuzione del lavoro sperimentale
- 3) stesura da parte degli studenti della bozza del lavoro svolto
- 4) correzione delle bozze di tutti gli studenti
- 5) rielaborazione in un unico testo delle diverse relazioni relative ad ogni lavoro nella forma definitiva riportata in questa raccolta.

Ringrazio i miei allievi che mi sono stati d'aiuto per sviluppare le esercitazioni descritte nel presente lavoro.

Catania 01/12/2005

L'insegnante Angela Percolla

Raccolta dei lavori sperimentali di laboratorio

Indice

Analisi del latte

Determinazione della densità Determinazione del grado di acidità Determinazione del pH Determinazione del lattosio Saggio all'alizarina Determinazione del residuo secco

Analisi del formaggio

Determinazione della materia secca Determinazione dei cloruri Determinazione del pH Determinazione dell'acidità titolabile Determinazione del grasso

Analisi dell'olio

Determinazione acidità Determinazione dei perossidi Determinazione degli acidi polinsaturi con la spettrofotometria UV

Analisi del vino

Determinazione del peso specifico
Determinazione del grado alcolico
Verifica del limite di gessatura
Verifica del limite di salatura
Determinazione acidità totale e acidità volatile
Determinazione estratto secco
Determinazione dei cloruri

Analisi del latte



Generalità

Secondo la legge il latte é il prodotto della mungitura regolare, completa ed ininterrotta della mammella di bovine in un buon stato di salute e di nutrizione.

Il latte non di origine bovina deve essere evidenziato con il nome della specie da cui deriva (es. latte di capra).

Da un punto di vista <u>biologico</u> il latte é un secreto della ghiandola mammaria, in parte di origine ematica e in parte elaborato dalla mammella stessa.

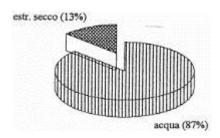
Da un punto di vista <u>chimico-fisico</u> il latte é una miscela di acqua che tiene in soluzione zuccheri, sostanze azotate, vitamine, sali minerali e tiene in sospensione grassi, alcune vitamine liposolubili, proteine ed ancora alcuni sali.

Caratteristiche analitiche

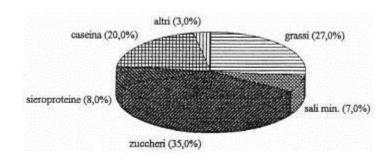
6,7-6,8
1,029-1,034
1,026-1,030
3%
10,30-14,70
≥8,70%
2,2-4,6%
3-6%
-0,53/-0,56
0,4-0,8 %
7-8° SH
1,6mg per 100 ml
>500

COMPOSIZIONE CHIMICA DEL LATTE

(bovino e caprino)



L'87-88% del latte é costituito da H₂O la rimanente frazione solida (13% circa) é costituita da:



Il latte è dal punto di vista chimico-fisico una miscela di fasi in cui il mezzo disperdente è l'acqua, presente per oltre l'87 %. In essa alcune sostanze si trovano in emulsione, altre in dispersione colloidale, altre infine in soluzione vera.

Alcune delle caratteristiche chimico-fisiche, come ad esempio, il punto di congelamento, sono determinati esclusivamente dai costituenti presenti in soluzione vera, altre, come la viscosità e la densità, dipendono da tutti i costituenti.

Non tutta l'acqua presente nel latte si comporta effettivamente da solvente: una parte che oscilla tra il 3,1 ed il 3,7 % è infatti legata alle sostanze colloidali o in emulsione. L'acqua combinata è così ripartita:

55% acqua legata alle micelle di fosfocaseinato di calcio;

30% legata alle proteine del siero;

15% ai fosfolipidi

COMPOSIZIONE E PROPRIETÀ DEL LATTE COMPARATE PER ALCUNE SPECIE ANIMALI DI INTERESSE CASEARIO

Parametri	Vacca	Pecora	Capra	Bufala
Acqua %	87,5	81,3	86,9	84,5
Grasso %	3,6-4,5	4,5-7,5	3,7-4,3	7,0-9,6
Proteine %	2,8-3,3	4,6-6,0	3,1-4,5	3,5-5,7
Caseina %	2,6-3,0	4,5	2,7	2,8-4,2
Albumine %	0,7-0,8	1,5	1,2	0,7-1,0
Lattosio %	4,9	4,1	4,3	4,8
Fosforo (mg / 100g)	65	80	90	120 - 140
Calcio (mg / 100g)	120	180	110	180 - 240
Ceneri %	0,90	1,10	0,90	0,85
pН	6,6-6,7	6,5-6,8	6,6-6,7	6,5-6,7
Acidità Titol. °SH/50	3,3-3,5	4,0-4,5	3,1-3,4	4,2-5,0
Densità (15°C)	1,028 - 1035	1,034 - 1040	1,028 - 1034	1,031 – 1034
Punto crioscopico (-°C)	0,52-0,55	0,55-0,57	0,52-0,54	0,56 - 0,59
Viscosità (Cp)	2,0	3,0	2,1	2,3

CONFRONTO FRA DIVERSE TIPOLOGIE DI LATTE

Origine	Acqua %	Lipidi %	Proteine %	Lattosio %	Energia MJ/kg
Donna	87,0	4,5	1,0	7,0	3,2
Vacca	87,7	3,5	3,3	5,0	2,9
Pecora	83,3	6,0	5,5	4,5	4,4
Capra	86,8	4,5	3,5	4,5	3,3
Bufala	81,2	8,0	5,0	5,0	5,1
Coniglia	65,0	18,0	14,0	2,0	10,6

La digeribilità del latte è sempre molto elevata per tutti i principi nutritivi, superando in ogni caso il 90 % per cui l'energia digeribile da esso fornita è molto prossima alla sua energia lorda.

Determinazione della densità del latte

Il latte messo in commercio, oltre ad essere genuino ed integro, deve corrispondere ai seguenti requisiti:

- a) peso specifico fra 1,029 e 1,034
- b) grasso non inferiore al 3%

Poiché una delle adulterazioni più frequenti al quale va soggetto il latte è l'annacquamento e la scrematura, il valore della densità è una delle determinazioni analitiche principali e per legge questa deve essere compresa tra 1.028 e 1.034.

Nel latte annacquato si ha una diminuzione della concentrazione dei vari costituenti, pertanto il peso specifico del latte risulta essere più basso del normale.

Poiché una delle lavorazioni principali prevede la scrematura del latte, in questo caso diminuendo la concentrazione del grasso, si verifica un aumento del suo peso specifico,tuttavia quello del siero resta inalterato.

L'annacquamento e la scrematura contemporanei possono, per fortuita compensazione, far risultare normale il peso specifico del latte, ma il contenuto in grasso sarà minore pertanto è bene avere un quadro completo del campione in esame prima di trarre le dovute conclusioni.

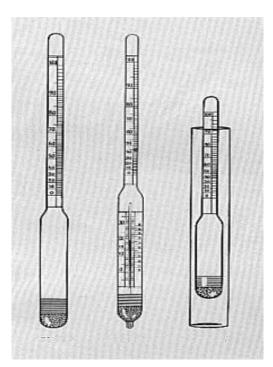
Per determinare la densità del latte sono stati utilizzati tre metodi:

1°metodo:

Il metodo più usato e' quello con il densimetro.

Un recipiente a collo largo è stato riempito con il latte e all'interno è stato immerso il densimetro.

La densità risulta: d = 1,032 g/ml



2°metodo:

Il secondo metodo si basa sulla determinazione della densità attraverso misure di massa e volume.

La massa del liquido e' stata determinata mediante una bilancia analitica elettronica, mentre il volume con l'ausilio di pipette di diversa capacità.

La densità è stata calcolata facendo il rapporto tra massa e volume

V	М	d
10 ml	10,3570	1,0357
20 ml	20,4795	1,0239
30 ml	30,8853	1,02951
40 ml	41,4768	1,03692
50 ml	51,5784	1,03157

Densità media = 1,0315 g/ml

d = m/V

3°metodo:

Il terzo metodo si basa sull'utilizzo di un picnometro che e' costituito da un recipiente di vetro a collo stretto al quale si può adattare a perfetta tenuta un tappo smerigliato tubolare, al centro del quale e per tutta la sua lunghezza , e' praticato un foro capillare.

All'esterno del tubo un'apposita tacca indica il volume di riferimento.

Procedimento:

Si riempie il picnometro con latte e si pesa su una bilancia analitica. Successivamente si ripete l'operazione riempiendo il picnometro di acqua distillata. Il rapporto di tali pesi ci fornisce il valore cercato.

d = 1,0298 g/ml

Determinazione del grado di acidità

Il controllo acidimetrico del latte è necessario tanto per il latte alimentare quanto per il latte destinato alla trasformazione in prodotti del caseificio: infatti un latte che ha valori di acidità superiori al normale dà origine a formaggi con pasta fragile e rigonfia.

D'altra parte il latte che ha valori anormali di acidità coagula all'ebollizione e di conseguenza non è adatto all'alimentazione.

Il grado di acidità del latte viene espresso in gradi Soxhelet-Henkel che equivalgono ai ml di NaOH 0,25N necessari per titolare 100 ml di latte in presenza di fenolftaleina.

Il latte commestibile presenta un grado di acidità compreso tra 6,5 e 8 °SH per la presenza di acido lattico, fosfati e CO2.

La quantità di acido lattico aumenta nel tempo perché i fermenti lattici trasformano il lattosio in acido lattico.

Quando il grado di acidità è superiore a 11, il latte coagula all'ebollizione e sopra 26 coagula spontaneamente. L'acido funge da elettrolita e fa avvenire quindi la coagulazione delle particelle colloidali di grasso presenti

Metodo per la determinazione del grado di acidità

A 100 ml di latte (diluiti con acqua distillata) vengono aggiunte alcune gocce di fenolftaleina; a questo punto si titola con NaOH 0.25N fino a colorazione rosa persistente.

L'acidità del latte analizzato è di 7.8 °SH.

Determinazione del pH tramite pHmetro

Il pH del latte si aggira attorno a 6,5-6,7; eccede questi valori in caso di mastite, mentre il colostro ha un pH inferiore a 6,5.

Il pHmetro è uno strumento per la misura precisa del pH.





Modo di operare

Il piaccametro viene prima tarato con soluzione tampone a pH 4 e una soluzione tampone a pH 7.

L' elettrodo viene quindi inserito nel beker contenente il latte.

Lo strumento rileva direttamente il valore del pH.

Valore ottenuto: pH = 6.8

Descriptions of Lattosio % in un campione of latto

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_{2}O \longrightarrow C_{6}H_{12}O_{6} + C_{6}H_{12}O_{6}$$

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_{22}O \longrightarrow C_{6}H_{12}O_{6} + C_{6}H_{12}O_{6}$$

$$C_{12}H_{12}O_{11} + H_{22}O \longrightarrow C_{6}H_{12}O_{6} + C_{6}H_{12}O_{6}$$

$$C_{12}H_{12}O_{11} + H_{22}O \longrightarrow C_{6}H_{12}O_{6} + C_{6}H_{12}O_{6}$$

$$C_{12}H_{12}O_{11} + H_{12}O_{11}O_{$$

Lattosio di formula $C_{12}H_{22}O_{11}$ è un disaccaride (zucchero formato da due molecole elementari) costituito da **glucosio** e **galattosio**, contenuto principalmente nel **latte** dei mammiferi (specie umana compresa); il latte di vacca ne contiene circa il 5%. Il lattosio per essere assorbito deve essere scisso nei due **zuccheri** semplici che lo compongono, galattosio e glucosio: l'enzima che permette questa scissione è la lattasi, presente nelle cellule intestinali. L'attività di questo enzima è particolarmente intensa alla nascita (quando l'alimentazione è esclusivamente lattea), poi decresce, fino a scomparire in persone che non consumano latte o lo consumano saltuariamente. Questo processo dipende dal fatto che la lattasi, come altri enzimi gastrointestinali, viene prodotta solo se si introduce nell'alimentazione la sostanza che l'enzima deve demolire, cioè il latte: è dunque possibile riattivare la produzione di lattasi consumando regolarmente il latte.

Reattivi per l'analisi:

- Reattivo di Fehling A 34,639 g di CuSO₄ in 500 ml di acqua distillata;
- Reattivo di Fehling B 173 g di KOOC-CHOH-CHOH-COONa (tartrato sodico potassico) + 51,6 g di NaOH in 500 ml di acqua distillata;
- Reattivo di Fehling= 5 ml di soluzione A + 5 ml di soluzione B
 (5 ml di soluzione A + 5 ml di soluzione B vengono completamente ridotti da gr 0,0678 di lattosio)
- Acido Acetico Glaciale;
- Blu di Metilene 1% in acqua

Apparecchiature:

Buretta; Matraccio da 100 ml; Beker; Bilancia analitica; Beuta.

Il metodo volumetrico si basa sulla proprietà degli zuccheri riducenti di ridurre a caldo lo ione Cu^{++} a Cu_2O in ambiente alcalino. Quando tutto il rame è stato ridotto il lattosio riduce l'indicatore Blu di Metilene a leuco derivato (incolore).

Scompare la colorazione grigioverde e appare la colorazione rossa dell'ossido rameoso. Il reattivo di Fehling è una soluzione fortemente basica di ioni rameici complessati da ioni tartrato e viene preparato al momento dell'uso mescolando volumi uguali di reattivo A e di reattivo B. Il reattivo A è una soluzione acquosa di solfato rameico $CuSO_4$. $5 H_2O$. Il reattivo B è una soluzione acquosa contenente tartrato di sodio e potassio (sale di Seignette) e idrossido di sodio.

Gli ioni tartrato, derivanti dalla dissociazione del sale di Seignette, hanno il ruolo di complessare gli ioni rameici mantenendoli in soluzione: in ambiente basico infatti, in assenza di un complessante, gli ioni rameici precipitano sotto forma di idrossido rameico, elettrolita solido poco solubile, secondo la reazione

$$Cu^{2+}(aq) + OH^{-}(aq) \longrightarrow Cu(OH)_{2(solido)}$$

e la loro concentrazione in soluzione risulta troppo bassa perché il reattivo possa essere efficace. Il reattivo di Fehling presenta una intensa <u>colorazione</u> <u>blu</u>: è il colore impartito alla soluzione dal complesso Cu²⁺ -tartrato.

Modo di operare:

In un matraccio da 100 ml si pongono 5 g di latte, 50-60 ml di acqua e si scalda a bagnomaria fino a completa coagulazione delle proteine e del grasso. Si raffredda, si aggiungono alcune gocce di Acido Acetico Glaciale e si porta a volume con acqua. Si filtra ottenendo un siero limpido contenente il lattosio e i sali minerali. Si carica col siero la buretta e si pongono in una beuta 10 ml di Fehling (5 ml di A + 5 ml di B), 40-50 ml di acqua e alcune gocce di indicatore (Blu di Metilene). Si porta all'ebollizione e si titola col siero.

Calcoli:

- V siero = 32,5 ml
- 5 ml di A + 5 ml di B vengono completamente ridotti da 0,0678 g di lattosio

0,0678:32,5 = x:100X = 0,2086 (g di lattosio in 100 ml di siero)

0,2086 : 5 = x :100 X = 4,17 %

Lattosio% =
$$\frac{0,0678*10000}{V*g}$$

La percentuale di lattosio è compresa tra il 4 e 5%

Saggio all'alizarina

In una provetta ben pulita si versano 2 ml di reattivo (soluzione di alizarina) e 2 ml del latte da analizzare. Si agita. Se il latte è fresco e sano si deve ottenere una colorazione rosso-lilla, senza coagulo né formazione di grumi. Se il latte è acido la colorazione tende al bruno-giallo con formazione di grumi o fiocchi caseosi .

Il latte da noi esaminato ha una colorazione rosso lilla, pertanto si può considerare in buono stato.

Determinazione dell'estratto secco

Per estratto secco si intende la percentuale di tutti i componenti del latte non volatili alla temperatura di 100 °C.

Questa misura è stata realizzata evaporando una certa quantità di latte in stufa per circa 2 ore e mezza e pesando il residuo.

Vengono riportati in tabella i risultati ottenuti dalle analisi eseguite presso il laboratorio di Analisi Chimiche dell'ITI "Cannizzaro" di Catania

	Latte Stella	Latte Granarolo	Latte Land	Latte Brio
Densità g/ml	1,032	1,031	1,032	1,032
Grado di acidità °SH	7,8	8	7,9	8
рН	6,5	6,4	6,5	6,5
Lattosio %	4,14	5,23	4,14	5,29
Saggio all'alizarina	Rosso lilla	Rosso lilla	Rosso lilla	Rosso lilla
Estratto secco %	12,3	11,9	12,4	11,4

Analisi del formaggio



Tipi di formaggi

Formaggi a	Maturazione rapida(da 6 gg a 6 mesi);	TALEGGIO, GORGONZOLA,
Pasta Molle		ROBIOLA STAGIONATA,
	coagulazione lenta; notevole acidità;	CRESCENZA, ITALICO,
	spurgo spontaneo; crosta per lo più	CACIOTTA
	ammuffita responsabile della	
	caratteristica colorazione	
Formaggi a	Maturazione media o lunga; cagliata	GRANA PADANO,
Pasta	cotta in caldaia; molto disidratati di	PARMIGGIANO REGGIANO,
Semidura e	lunga conservazione	PECORINO SICILIANO,
Dura	<u> </u>	EMMENAL, ASIAGO
Formaggi a	Sono caratterizzati dalla peculiare	MOZZARELLA DI BUFALA,
Pasta Filata	proprietà della caseina di lasciarsi	FIOR DI LATTE, SCAMORZA,
Tenera	filare in opportune condizioni di	PROVOLA
	acidità e temperatura; la filatura	
	avviene quando la cagliata ha	
	eliminato parte del calcio combinato;	
	umidità elevata	
Formaggi a	Sono caratterizzati dalla peculiare	CACIOCAVALLO,
Pasta Filata	proprietà della caseina di lasciarsi	PROVOLONE
Dura	filare in opportune condizioni di	
	acidità e temperatura; la filatura	
	avviene quando la cagliata ha	
	eliminato parte del calcio combinato;	
	per acquisire le peculiari	
	caratteristiche vengono poi posti ad	
	asciugare; umidità media	
Formaggi	Di consumo immediato, prodotto con	MASCARPONE, RICOTTA,
Freschi	alto tenore in acqua, estratto secco	TOMINO FRESCO, ROBIOLA
	30% e meno, coagulazione molto	FRESCA, CACIOTTE
	lenta	FRESCHE
Formaggi	Si ottengono solitamente dal	FORMAGGINI, SOTTILETTE
Fusi	formaggio di scarto, rilavorando con il	
	concorso della temperatura e con	
	l'aggiunta di un fondente adeguato ed	
	altri componenti	

Cottura	Maturazione	Consistenza	Tipologie
A Bassa	Rapida	MOLLI	CRESCENZA
Temperatura		SEMISOFFICI	FETA
o Crudi	Media	MOLLI	GORGONZOLA
		SEMISOFFICI	BRIE
A Media	Rapida	MOLLI	MOZZARELLA
Temperatura 35°C 48°C		SEMISOFFICI	HAVARTI
33 C 48 C	Media	SEMISOFFICI	EDAM
		SEMIDURI	CHEDDAR
	Lenta	SEMIDURI	PROVOLONE
		DURI	P. ROMANO
Ad Alta	Rapida	MOLLI	COTTAGE
Temperatura M	Media	SEMIDURI	EMMENTAL
> 40 C		DURI	SBRINZ

TIPOLOGIA FORMAGGIO	% UMIDITÁ PRODOTTO FINITO
Formaggi molto duri	28 – 33 %
Formaggi duri	33 – 36 %
Formaggi semiduri	36 – 45 %
Formaggi semisoffici	45 – 55 %
Formaggi molli	> 55 %

TIPOLOGIA FORMAGGIO	% GRASSO PRODOTTO FINITO
Formaggio Fresco Magro	0 – 20 % di grasso SS; ES tot. ca. 25 %
Formaggio Fresco Grasso	40 – 50 % di grasso SS, ES tot. ca. 35 %
Formaggio Fresco "Doppia Panna"	> 60 % di grasso SS, ES tot. > 42 %

Determinazione della materia secca nel formaggio

Principio del metodo

Il campione viene sottoposto alla temperatura di circa 102 °C. La materia secca è rappresentata dalla sostanza che rimane dopo l'eliminazione dell'acqua e delle sostanze volatili nelle condizioni operative del metodo.

Apparecchiatura

- Capsula
- Sabbia di quarzo granulare opportunamente trattata con acido cloridrico a caldo, successivamente lavata con acqua distillata fino a reazione neutra, essiccata a calcinata a 500-600°C e conservata, dopo raffreddamento in un recipiente chiuso.

Procedura

- Si pone ad essiccare in stufa a circa 102°C fino a peso costante una capsula contenente circa 20g di sabbia e una bacchetta di vetro.
- Si lascia raffreddare in essiccatore e si pesa
- Si aggiunge rapidamente nella capsula circa 3g del campione, si pesa e si mescola il formaggio con la sabbia aiutandosi con la bacchetta di vetro, si pone in stufa a 120°C per 4 ore.
- Si estrae dalla stufa, si pone in essiccatore e si lascia raffreddare, si pesa; si ripete l'essiccamento in stufa per 30 minuti fino a peso costante. Qualora si riveli un incremento finale del peso bisognerà considerare valido il valore della pesata più bassa.

Espressione dei risultati

Calcolo:

tenore percentuale in materia secca =
$$\frac{M_2 - m}{M_1 - m}$$
 x 100

dove:

m = peso in g della capsula+sabbia+banchetta

M₁= peso in g della capsula+sabbia+bacchetta+prodotto umido

M₂ = peso in g della capsula+sabbia+bacchetta+prodotto secco

Determinazione dei cloruri nel formaggio

Principio del metodo

Il prodotto viene disciolto in una soluzione di idrossido di sodio da cui vengono precipitate le sostanze proteiche acidificando nettamente con acido nitrico. Sul filtrato limpido si determina, per titolazione argentometrica, lo ione cloro in presenza di allume ferrico ammonico come indicatore.

Reattivi

- Acido nitrico al 33% circa p/v (d=1.20)
- Soluzione di idrossido di sodio circa al 4%
- Nitrato di argento 0.1N
- Solfacianuro di ammonio 0.1N
- Soluzione di solfato ferrico ammonico al 4% p/v circa

Preparazione

Si pesano esattamente circa 4 g di campione in un becher da 50 ml, si aggiungono poco a poco 30 ml di acqua alla temperatura di 45-50 °C e 10 ml della soluzione di idrossido di sodio, disgregando il prodotto con bacchetta di vetro fino a ridurlo ad un impasto omogeneo e senza grumi.

Si travasa quantitativamente in un matraccio da 100 ml, con acqua tiepida, fino ad un volume di 70 ml, si aggiungono 20 ml di acido nitrico agitando energicamente, si porta a volume di 100 ml e si attende un'ora.

Si filtra su filtro da quantitativa, si scartano i primi ml e si raccogliere il filtrato limpido.

Determinazione

Vengono pipettati 50 ml del filtrato in una beuta da 300 ml, si aggiungono 20 ml di nitrato d'argento 0,1 N e 5 ml di solfato ferrico ammonico, si agita e si titola con solfacianuro di ammonio 0.1 N fino a colorazione rosso-mattone persistente per alcuni secondi.

Determinazione potenziometrica del pH nel formaggio

Procedura

Si pesa in un becher da 200 ml 10 g di prodotto, si aggiungono 100 ml di acqua e si agita energicamente su agitatore magnetico per 15 minuti circa.

Si centrifuga la sospensione per alcuni minuti e si separa per decantazione il surnatante,

Si tara il pHmetro con i due tamponi a pH 4,0 e 7,0.

Si misura il pH immergendo l'elettrodo nella soluzione portata a temperatura ambiente.

Determinazione dell'acidità titolabile

Principio del metodo.

Il prodotto viene sospeso in acqua e l'acidità dell'estratto acquoso ottenuto viene titolata con soluzione alcalina in presenza di fenolftaleina.

Reattivi.

Idrossido di sodio 0,1N; Soluzione di fenolftaleina all'1% p/v in etanolo 95% v/v; Acqua distillata

Apparecchiatura.

Omogeneizzatore elettrico ad alta velocità;

Matraccio tarato da 100 ml.

Procedura.

Si pesa esattamente in un becher da 100 ml circa 10 g di campione; si aggiungono 50 ml di acqua e si porta a temperatura di circa 40°C; si omogeneizza il tutto per 5 minuti.

Si trasferisce quantitativamente la sospensione nel matraccio, si porta a volume con acqua e si filtra su carta da filtro a filtrazione rapida.

Si prelevano 25 ml del filtrato, si aggiungono 5 gocce di fenolftaleina e si titola fino al viraggio con idrossido di sodio 0,1 N

Espressione dei risultati.

Acidità espressa in g di acido lattico per 100 g di prodotto =

```
Acidità espressa in meq per 100 g di prodotto = v - 0,1 ------ x 100 p
```

dove:

V = ml di NaOH 0,1 N utilizzati nella titolazione;

0,9 = fattore di conversione per l'acido lattico;

p = peso in g dell'aliquota di campione utilizzata per la titolazione.

Determinazione del grasso

La determinazione della sostanza grassa del formaggio viene eseguita utilizzando l'estrattore Soxhelet ed impiegando l'etere etilico come solvente del grasso.

Il formaggio essiccato viene introdotto in un cartoccio a ditale e posto nel corpo cilindrico a fondo chiuso. Nel palloncino, previamente essiccato e pesato, si mette l'etere etilico. Si porta all'ebollizione il solvente che passando allo stato di vapore attraverso il tubo laterale, si condensa nel refrigerante, ricade a gocce sul cartoccio e,quando ha raggiunto il livello dell'ansa superiore del tubo a sifone, si scarica automaticamente nel palloncino sottostante.

Come sorgente di calore si utilizza la piastra riscaldante regolata in modo che il sifonamento avvenga ogni 10-20 minuti Dopo 12 h si separa l'etere etilico raccogliendolo nel corpo

Dopo 12 h si separa l'etere etilico raccogliendolo nel corpo cilindrico. Quindi il palloncino contenente il grasso si tiene in stufa a 100°C per 1-2 h . Si raffredda in essiccatore e si pesa.

Vengono riportati in tabella i risultati ottenuti dalle analisi eseguite presso il laboratorio di Analisi Chimiche dell'ITI Cannizzaro

Tipo di formaggio	% umidità	% NaCl	pН
Pizzottella	54	1,7	7,1
Grana Padano	26	1,5	6,7
Scamorza	40	1,9	6,8
Grattugiato Mix Auchan	28	2,1	6,8

La determinazione del grasso non è stata effettuata sperimentalmente per precauzione in quanto le cappe del laboratorio non sono funzionanti.

Analisi dell'olio

"Da olive sane, maturate al punto giusto, non si può che ottenere un buon olio se non lo si rovina durante la lavorazione ed i primi trattamenti"

Ma quando le olive non sono sane (mosca olearia, malattie crittogamiche, ecc...), sono mal raccolte o mal conservate, non c'è tecnologia, cura o attenzione che tenga."

DETERMINAZIONE DELL'ACIDITA' TOTALE DELL'OLIO D'OLIVA

L'acidità dell'olio d'oliva si può esprimere come acidità totale percentuale. Per acidità totale percentuale si intende la quantità di acidi grassi liberi, espressi come acido oleico, contenuti in 100g di olio.

REATTIVI:

miscela alcool-etere 1:2; fenolftaleina; NaOH 0,1N

PROCEDIMENTO:

In un becher si pesano con esattezza 5 g di olio. Si aggiungono 100ml della miscela alcool-etere. Quando l'olio è disciolto si titola con la soluzione alcalina in presenza di fenolftaleina fino a viraggio.

CALCOLO:

equ.base= (NxV):1000 g acido oleico = equ.base x 282 ACIDITA' TOTALE PERCENTUALE = (g acido oleico:P)*100 dove:

N= normalita' di NaOH V= ml di NaOH impiegati Peso equivalente dell'acido oleico=282 P= peso in g dell'olio in esame.

Determinazione dei perossidi nell'olio

Questo tipo di analisi esprime la quantità di ossigeno già assorbita dall'olio, olio che quindi ha già iniziato una propria attività ossidativa, che durante l'invecchiamento porta ad un irrancidimento ossidativo del prodotto che ne conferisce odori e sapori sgradevoli.

Attraverso questa analisi possiamo quindi determinare la potenzialità ossidativa di un olio di oliva: più alto è il suo valore e più avanzato è lo stadio di irrancidimento del prodotto.

Il valore del numero di perossidi ha un andamento a campana, presenta inizialmente un graduale aumento che può portare il numero di perossidi al di sopra del limite stabilito per legge (20 per oli extravergini), ma poi tale parametro tende a decrescere.

Come per l'acidità libera così per il numero di perossidi la conservazione può influenzare negativamente questo valore; in particolare il parametro si può alterare:

- se le olive sono sovramature, schiacciate e tenute in magazzini non adatti;
- se la lavorazione si prolunga permettendo all'azione enzimatica di far aumentare il tasso di ossidazione
- per l'esposizione del prodotto alla luce e/o ad elevate temperature;
- per contenitori e/o ambienti non idonei.

Tali condizioni favoriscono un veloce e precoce irrancidimento del prodotto.

Categoria	Numero di perossidi
Extra Vergine	<20
Vergine	<20

CAMPO D'APPLICAZIONE. Oli e grassi animali e vegetali.

DEFINIZIONE. Il numero di perossidi è il quantitativo delle sostanze presenti nel campione, espresse in milliequivalenti di ossigeno attivo per kg, che ossidano lo ioduro di potassio nelle condizioni che vengono descritte.

PRINCIPIO.

Trattamento della sostanza in esame, sciolta in acido acetico e cloroformio, con una soluzione di ioduro di potassio. Titolazione dello iodio liberato con soluzione di tiosolfato di sodio standardizzata.

APPARECCHIATURA.

Palloni a collo e tappo smerigliato, aventi una capacità di circa 250 ml, previamente asciugati. Buretta da 25 o 50 ml, graduata in 0,1 ml.

REAGENTI.

Cloroformio

Acido acetico glaciale

Ioduro di potassio, soluzione acquosa satura, di recente preparazione.

Tiosolfato di sodio, 0,01 o 0,02 N, soluzione acquosa accuratamente standardizzata immediatamente prima dell'uso.

Soluzione di amido, dispersione acquosa di 10 g/l, di recente preparazione da amido naturale solubile.

PROCEDIMENTO.

Si pesa in un pallone una massa del campione conformemente alla seguente tabella e al numero di perossidi previsto:

Numero di perossidi	Peso della sostanza da
previsto	analizzare
meq	in g
0 - 12	5,0 - 2,0
12 - 20	2,0 - 1,2
20 - 30	1,2 - 0,8
30 - 50	0,8 - 0,5
50 - 90	0,5 - 0,3

Si aggiungono 10 ml di cloroformio.

Si scioglie la sostanza da analizzare rapidamente, agitando.

Si aggiungono 15 ml di acido acetico e quindi 1 ml di soluzione di ioduro di potassio.

Si tappa rapidamente, si agita per 1 minuto e si lascia riposare per 5 minuti esatti al riparo dalla luce, ad una temperatura compresa tra 15 e 25 °C.

Si aggiunge circa 75 ml di acqua distillata.

Si titola lo iodio liberato con una soluzione di tiosolfato di sodio (soluzione 0,002 N per valori previsti inferiori a 12 e soluzione 0,01 N per valori previsti superiori a 12) agitando vigorosamente, usando la soluzione di amido come indicatore.

ESPRESSIONE DEI RISULTATI.

Il numero di perossidi (N.P) espresso in milliequivalenti di ossigeno attivo per kg, viene dato dalla formula:

$$N.P. = (V \cdot N)*1000/m$$

dove: $V = \grave{e}$ il numero di ml della soluzione standardizzata di tiosolfato di sodio usata $N = \grave{e}$ la normalità esatta della soluzione di tiosolfato di sodio (6.4) usata. $m = \grave{e}$ il peso in g della sostanza da analizzare.

Analisi olio UV-VIS

Questo tipo di analisi è espresso mediante dei coefficienti "K" che rappresentano l'assorbimento da parte dell'olio all'esposizione di luce ultravioletta in particolari condizioni.

Il coefficiente di estinzione molare alla lunghezza d'onda, rispettivamente di 230 nm e di 270 nm, indica lo stato ossidativo dell'olio, poiché si possono formare dieni e trieni coniugati durante l'ossidazione del prodotto. La normativa di legge prevede che per alcuni valori di K270 superiori ai limiti di legge è previsto un passaggio del prodotto saggiato ad allumina al fine di eliminare i trieni coniugati formatisi naturalmente durante l'invecchiamento oppure derivanti dalla presenza di oli diversi dai vergini. Questo parametro può risultare alterato da processi chimici indotti che portano ad una contraffazione del prodotto. Gli altri parametri analitici previsti nel Reg. CE 2568/91 indicano eventuali contraffazioni o sofisticazioni del prodotto che modificano negativamente il concetto di genuinità dell'olio. Tale metodica di analisi è in grado quindi di stabilire la presenza di tagli ad oli extravergini, ed in primis stabilisce se si tratta di un olio di oliva extravergine oppure di un qualsiasi olio di oliva.



spettrofotometro U.V.

Categoria K232 K270 deltaK

Extra Vergine <2,50 <0,20 <0,01

Vergine <2,50 <0,20 <0,01

Questo esame, oltre a fornire utili elementi di giudizio sulla qualità di un olio, ha permesso di risolvere definitivamente il problema del riconoscimento dell'olio rettificato eventualmente aggiunto all'olio di oliva vergine, sfruttando il fatto che gli oli naturali di pressione non contengono doppi legami coniugati che invece si formano, sia pure in misura minima, durante la rettifica, particolarmente nella fase di decolorazione su terre attive.

Ne consegue che i rettificati presentano valori di assorbimento nell'UV, particolarmente nella zona intorno ai 270 nm, notevolmente superiori a quelli dei vergini. Infatti i gruppi etilenici isolati, oppure i gruppi carbossilici degli acidi grassi, presentano massimi di assorbimento tra 175 e 185 nm, cioè al di fuori della zona utilizzabile dello spettro UV che inizia, come noto, a lunghezze d'onda superiori a 200 nm.

Sappiamo invece che la formazione di idroperossidi in acidi grassi polinsaturi provoca uno slittamento del doppio legame con formazione di un sistema dienico coniugato che assorbe a 232 nm. Inoltre, durante la rettifica degli oli lampanti perossidati, il passaggio su terre attive provoca la formazione di trieni coniugati (aventi una banda di assorbimento, con tre massimi, intorno ai 270 nm) verosimilmente per decomposizione di un idroperossido linoleico. Anche la formazione di composti chetonici, per ossidazione ancora più spinta, provoca un maggiore assorbimento che si manifesta attorno ai 270 nm.

L'esame UV viene condotto sull'olio disciolto in opportuno solvente (cicloesano o isoottano) nell'intervallo compreso tra i 220 e i 280 nm. Le lunghezze d'onda più significative sono 232, 262, 268 e 274 nm. I valori di assorbimento vengono espressi come assorbanza specifica, ,intendendo con questa espressione I'assorbanza ad una certa lunghezza d'onda, di una soluzione all'1 % dell'olio in esame nel solvente prescelto, osservata in una vaschetta dello spessore di 1cm.

Nel caso degli oli è invalso l'uso di esprimere I'assorbanza specifica con la lettera K. Per esempio,

l'espressione K268 indica l'assorbanza specifica dell'olio in esame alla lunghezza d'onda di 268 nm.In termini numerici si ha :

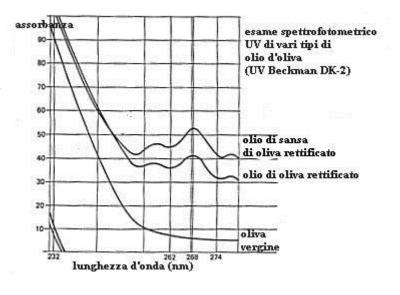
$$K268 = A (1cm/1\%(268nm)) = A268/c *s$$

dove A268 è il valore dell'assorbanza a 268 n m della soluzione dell'olio in esame, c la concentrazione della soluzione espressa in g/100 ml ed s lo spessore in cm della cella di quarzo nella quale viene esaminata la soluzione dell'olio in esame.

Per quanto riguarda il solvente, il Metodo Ufficiale, pubblicato sulla Gazzetta Ufficiale nel 1963, indica l'isoottano, mentre nelle numerose sperimentazioni effettuate negli anni precedenti era stato usato generalmente il cicloesano.

Procedura

L 'olio da esaminare deve essere perfettamente limpido; in caso contrario si filtra su carta. In un palloncino tarato da 50 ml si pesano esattamente 0,5 g circa di olio; se l'operatore ha motivo di ritenere che l'olio in esame presenti valori di assorbanza elevati (olio rettificato, olio di sansa) è opportuno pesare quantitativi minori (0,2-0,3 g) in modo da leggere valori di assorbanza non superiori a 0,8. Si aggiunge isoottano spettrofotometricamente puro e si porta a volume, agitando per omogeneizzare la soluzione con la quale si riempie una vaschetta prismatica in quarzo per spettrofotometria UV dello spessore di 1 cm. Si dispone la vaschetta nell'apposito alloggiamento dello spettrofotometro e si ricava lo spettro, rispetto al solvente puro con il quale è stata riempita una vaschetta che funziona da bianco, nell'intervallo compreso tra i 220 e i 280 nm. Si prende nota dei valori di assorbanza a Con gli oli di oliva vergine, rettificato e di sansa si ottengono gli spettri di assorbimento riportati nella figura.



Come si vede, il comportamento spettrale è notevolmente diverso nei tre tipi di olio, ciò che permette di individuare anche piccole aggiunte di rettificato, o di sansa, all'olio di oliva vergine.

Quest'ultimo infatti presenta un assorbimento che decresce rapidamente verso valori molto bassi (inferiori a 0,200) nella zona compresa tra 260 e 280 nm, dove l'andamento della curva è praticamente parallelo all'asse delle ascisse, sulla quale sono riportate le lunghezze d'onda (in ordinate sono riportati i valori di assorbanza). Invece nel caso del rettificato, e più ancora nel caso dell'olio di sansa, i valori di assorbanza in tale zona sono molto più elevati e la curva assume un andamento caratteristico con tre massimi, dovuti alla presenza dei trieni, dei quali il più accentuato è quello centrale a 268 nm. Ai fini del giudizio, specialmente nel caso di miscele, è importante conoscere anche l'altezza del picco principale, tenendo conto del valore dell' assorbanza a 268 nm, corrispondente al massimo, e quelli a 262 ed a 274 nm, corrispondenti ai due minimi. Questa altezza, indicata come DK, si ti ricava dall'espressione:

Non sono stati ancora fissati per legge i dati spettrofotometrici caratteristici per i vari tipi di olio, ma, in pratica, vengono accettati i seguenti valori proposti dalla Commissione Tecnica Governativa: 232 n m (zona dei dieni), a 262, a 268 e 274 nm (zona dei trieni), e si calcolano i valori di K mediante l'espressione:

$$Kl = Al / c*s$$

dove K, A, c ed s hanno i significati già indicati.

È opportuno che i valori di A, letti allo spettrofotometro, siano compresi tra 0,2 e 0,8. In caso contrario si ripete la lettura o sulla stessa soluzione posta in vaschette di spessore diverso da 1 cm, oppure su di una nuova soluzione di concentrazione opportunamente variata.

Risultati ottenuti:

OLIO	Acidità	Perossidi
Pantaleo	0,4 %	14
Produzione propria (olio vecchio di 4 anni)	7,8%	22

Analisi del vino



Determinazione del peso specifico

Il peso specifico dei vini secchi comuni è di poco inferiore all'unità; una densità inferiore a 0,985 può far sospettare l'aggiunta di alcol, mentre se è superiore a 0,998 il vino può contenere zuccheri non fermentati.

Il peso specifico del vino è stato determinato sia mediante il densimetro che il picnometro

Determinazione estratto secco

Questa determinazione si effettua per via diretta facendo evaporare 50 ml di vino in capsula tarata, mediante riscaldamento a bagno-maria, e poi in stufa a 105°C: ripesando la capsula, si ha l'estratto secco dei 50 ml di vino che, moltiplicato per 20 fornisce l'estratto secco totale in g/l.

Determinazione del grado alcolico

Metodo Ebulliometrico con l'apparecchio MALLIGAND

<u>Procedimento</u>: Prima di eseguire la determinazione della gradazione alcoolica occorre regolare l'apparecchio allo zero(fig.1)



fig.1

Per far ciò si riempe la caldaietta con acqua fino al rilievo, si avvita il coperchio con l'asta metallica recante il termometro e si accende la lampada a spirito(fig. 2-3) sotto il caminetto a termosifone.





Si attende che l'acqua entri in ebollizione e che il mercurio, nel frattempo salito nella colonna del termometro(fig.4), si arresti.



fig.4

Con il punto estemo raggiunto dal mercurio si fà coincidere lo zero della scala che viene fissata con la vite di pressione.

Messo a zero l'apparecchio, si avvicina la caldaia con il vino in esame e si riempe fino al rilevo superiore. Si avvita di nuovo il coperchio alla caldaia e vi si applica anche il refrigerante pieno di acqua.

Si mette di nuovo la lampada accesa sotto il camino e si attende che il vino entri in ebollizione.

Quindi in corrispondenza al punto ove si arresta il mercurio del termometro, si legge sulla scala la gradazione alcoolica.

Al momento della lettura l'acqua del refrigerante deve essere appena tiepida.



(Ebulliometro pronto all'uso)



(I vari componenti dell'Ebulliometro)

Verifica del limite di gessatura

La gessatura consiste nell'aggiungere al mosto, prima della fermentazione, del solfato di calcio con la conseguenza di un aumento dell'acidità del mosto dovuto alla formazione di acido tartarico dal tartrato acido di potassio.

La gessatura è consentita a condizione che il vino non contenga alla fine più di 1g/l di solfati calcolati come solfato di potassio.

Per il controllo della gessatura si usa una soluzione di cloruro di bario ottenuta sciogliendo 1,4 grammi in acqua, aggiungendo 50 ml di acido cloridrico 1:1 e portando al volume di 1 litro.

1 millilitro di questa soluzione corrisponde a 0,001 g di solfato di potassio e quindi da volumi uguali di essa e di vino precipitano interamente i solfati, se questi si trovano in quantità non superiori allo 0,1 % di solfato potassico.

Per eseguire il saggio, si prelevano 50 ml di vino, si riscaldano all'ebollizione, si addizionano con 50 ml della soluzione di cloruro di bario bollente, si fa bollire ancora per qualche minuto, lasciando poi in riposo.

Quando il liquido sovrastante al precipitato è iventato limpido, si filtra e si divide il filtrato in due porzioni, di cui una si tratta ancora con soluzione di cloruro di bario e l'altra con acido solforico diluito.

Se si ottiene un precipitato trattando con cloruro di bario vuol dire che il limite di gessatura è superiore perché c'è un eccesso di solfato rispetto alla soluzione di cloruro di bario appositamente preparata per il limite consentito, se la quantità è inferiore all'1% nel filtrato vi sarà un eccesso di cloruro di bario e quindi si avrà precipitato con acido solforico.

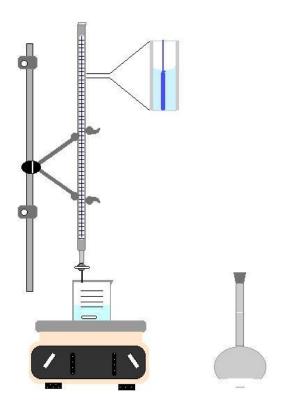
Verifica del limite di salatura

I vini contengono normalmente 0.02-0.20grammi di cloruro di sodio per litro; quantità maggiori possono trovarsi nei vini ottenuti da vigneti in vicinanza del mare. L'aggiunta di cloruro di sodio (salatura) ha lo scopo di favorire la separazione delle sostanze proteiche, assicurando così al vino una migliore conservazione. La salatura è permessa a condizione che il vino arrivi a contenere una quantità di cloruri corrispondente a non più di 0,5 grammi di cloruro di sodio per litro; per i vini liquorosi e le mistelle tale limite è elevato a 1 grammo. Per controllare se è stato superato tale limite, si usa una soluzione di nitrato di argento contenente grammi 7,265 del sale in un litro. Questa soluzione precipita, a parità di volume, una soluzione allo 0,25% di cloruro di sodio;se ne usa perciò 1/5 del volume di vino prelevato.

Si fanno bollire leggermente in becker per 2-3 minuti 50ml di vino, si allontana il recipiente dalla fiamma e si aggiungono, lentamente e agitando, 2 ml di acido nitrico (d=1,5). Il vino deve assumere un colore giallognolo; se ciò non avvenisse si aggiunge ancora qualche goccia di acido.

Si aggiungono poi 10 ml della soluzione di nitrato di argento, agitando; dopo raffreddamento, si filtra e si osserva su due porzioni del filtrato se altro nitrato d'argento o qualche goccia di acido cloridrico diluito provocano intorbidamento. Se la quantità di cloruri non è superiore a 0,5 grammi / litro di NaCl, il liquido filtrato contiene un eccesso di nitrato d'argento e quindi precipita con acido cloridrico; nel caso contrario, si ha precipitazione con ulteriore aggiunta di nitrato d'argento e quindi si accerta che il limite si salatura è sorpassato.

Determinazione dei cloruri nel vino



La determinazione quantitativa dei cloruri è stata eseguita utilizzando il metodo di Volhard.

In un becher vengono posti 50 ml di vino che vengono portati ad ebollizione fino a dimezzarne il volume.

Si raffredda e si aggiungono 15 ml di acido nitrico concentrato e 25 ml di nitrato d'argento 0,1 N.

Si aggiungono 50 ml di soluzione satura di permanganato di potassio mantenendo l'ebollizione e agitando.

Si lascia raffreddare al buio per 10 minuti.

Si aggiunge 1 ml di allume ferrino e si titola con solfocianuro d'ammonio 0,1 N.

La differenza tra il volume di nitrato d'argento aggiunto e quello di solfocianato impiegato per la titolazione, rappresenta il volume di nitrato d'argento N/10 consumato per la precipitazione dei cloruri del vino. Millilitri 1 di soluzione N/10 di nitrato d'argento corrispondono a grammi 0,003545 di cloruro, e a grammi 0,00585 di cloruro di sodio.

Determinazione acidità totale e acidità volatile

L'acidità del vino è dovuta ad acidi organici, alcuni dei quali sono fissi (come il tartarico, il malico, il succinico), altri (come l'acetico, il butirrico, il formico, il propionico, presenti in minima quantità) che sono volatili.

L'acidità del vino si distingue in acidità totale e acidità volatile.

Per la determinazione dell'acidità totale si prelevano 25 ml di vino preventivamente privati della CO₂ per agitazione, si neutralizzano esattamente con alcali 0,25 N usando come indicatore alla tocca cartine di blu di bromotimolo. L'acidità si calcola in acido tartarico e si esprime in g/L.

Per la determinazione dell'acidità volatile si introducono in un palloncino 50 ml di vino. Si distilla in corrente di vapore.

Il distillato (circa 200 ml) si titola con una soluzione alcalina 0,1 N usando come indicatore la fenolftaleina.

L'acidità volatile si esprime in grammi di acido acetico per litro.

L'acidità dei vini sta in relazione al grado alcolico e precisamente è tanto più debole quanto maggiore è la quantità di alcol nel vino.

L'acidità totale espressa in acido tartarico varia da 4-5 grammi a 15-16 grammi /litro. L'acidità diminuisce con l'invecchiamento, mentre può aumentare a causa di alcune malattie nel vino.

L'acidità volatile espressa in grammi di acido acetico è in media 0,4-0,8 grammi per litro nei vini rossi, minore nei vini bianchi.

Se l'acidità volatile supera i 2 g/l il vino è da considerarsi inadatto al consumo diretto come bevanda.

Risultati ottenuti

	Gradazione alcolica	Densità g/ml	Gessatura	Salatura
Torre Solada	11	0,88	Assente	Assente
Tavernello	10	0,90	Assente	Assente
Leccio	11	0,90	Assente	Assente