

ITI “CANNIZZARO” CATANIA

Anno 2006-2007

Classe VA Chimica

Raccolta dei lavori sperimentali di laboratorio

- Colore e spettri di assorbimento;
- Spettro di assorbimento del permanganato di potassio;
- Determinazione della retta di taratura del permanganato;
- Analisi delle acque:
 - Classificazione delle acque;
 - Parametri di caratterizzazione.
 - Determinazione del residuo fisso;
 - Determinazione del pH;
 - Determinazione dei cloruri;
 - Determinazione della durezza totale;
 - Determinazione degli ioni calcio e magnesio;
 - Determinazione dei bicarbonati nelle acque;
 - IOD (metodo Kubel);
 - Ammoniaca (Metodo di Nessler);
 - Nitriti (Metodo Griess);
 - Determinazione dei fosfati nelle acque;
 - Determinazione dei Nitrati,
 - Determinazione dell'Ossigeno disciolto;
- Distribuzione di frequenza e misure di dispersione nella misura delle masse di un gruppo di oggetti;
- Analisi del latte:
 - Determinazione densità;
 - Determinazione grado di acidità,
 - Determinazione pH;
 - Determinazione lattosio;
 - Determinazione estratto secco;
- Analisi del Formaggio:
 - Tipi di Formaggi;
 - Determinazione della materia secca;
 - Determinazione dei cloruri;
 - Determinazione del pH;
 - Determinazione del grasso;
 - Determinazione dell'acidità titolabile;
- Analisi dei succhi di agrumi:
 - Determinazione dell'acido citrico;
 - Determinazione dell'acido ascorbico;

- **Analisi del vino:**
 - **Determinazione del grado alcolico;**
- **Analisi dell'olio:**
 - **Determinazione dell'acidità totale;**
 - **Determinazione dei perossidi;**
 - **UV-VIS;**
- **Cromatografia su strato sottile;**
- **Potenziometria;**
 - **Determinazione dell'acido fosforico nella Coca Cola con il metodo Potenzimetrico;**
 - **Verifica della capacità tamponante di una soluzione con il metodo Potenzimetrico.**

Studenti: Alemanni, Balsamo, Bonaccorso, Calvagna, Condorelli, Di Mauro, Di Stefano, Ferlito, Genovese, Lanza, Lanzafame, Marchese, Milici, Mirabella, Palermo, Pappalardo, Ranno, Rapisarda, Sicali, Sinitò

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.

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 nell'anno 2006-2007 sono state:

- scelta di argomenti tali da rendere didatticamente omogenei gli aspetti teorici e pratici sviluppati nel corso di “Analisi Chimica”
- conseguimento di una discreta manualità nelle operazioni di laboratorio
- 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 l'anno. Si deve infatti tenere conto che le relazioni qui raccolte rappresentano la fase conclusiva di un lavoro protrattosi durante tutto l'anno.

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.

Particolare cura grafica è stata rivolta alla stesura di tabelle e grafici ,a tale proposito si è cercato di sviluppare negli studenti sia il senso della praticità e sia il senso estetico che indubbiamente va sempre preso in considerazione quando si desidera presentare il proprio lavoro in una veste discreta.

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

Catania 31/5/2007

L'insegnante
Angela Percolla

Colore e spettri di assorbimento

Il colore si forma nell'interazione delle radiazioni emesse da una sorgente luminosa con gli oggetti che in parte le assorbono e in parte le riemettono. Sono le radiazioni riemesse dagli oggetti che, quando raggiungono l'occhio umano, producono una serie di segnali che vengono poi elaborati dalla corteccia cerebrale.

Il colore dipende da tre fattori principali:

- dalla composizione spettrale della luce emessa dalla sorgente che lo illumina
- dalla composizione spettrale della luce assorbita dal corpo quando viene illuminato
- dal sistema occhio-cervello che elabora il segnale percepito

Se un raggio di luce policromatica illumina un oggetto che ne può assorbire una parte, la radiazione che giunge all'occhio contiene solo le lunghezze d'onda che non sono state assorbite, cioè le radiazioni complementari: queste sommate alle radiazioni assorbite, riproducono la composizione spettrale della luce che ha illuminato l'oggetto.

Se l'oggetto è illuminato dalla luce solare, le radiazioni complementari, sommate a quelle assorbite, riproducono la luce bianca.

Se l'oggetto illuminato assorbe prevalentemente le radiazioni nella regione del blu verde, vengono trasmesse prevalentemente le radiazioni del rosso

Sono stati eseguiti degli spettri di trasmissione di quattro diversi sali colorati: solfato di rame (blu), solfato di nichel (verde), bicromato di potassio (arancione), cloruro di cobalto (rosso-porpora).

Il rosso porpora del cloruro di cobalto è dovuto al fatto che l'occhio umano raccoglie le radiazioni nella gamma 380-450 nm circa, insieme a quelle della gamma 550-760 nm circa

L'azzurro del solfato di rame è dovuto al fatto che l'occhio umano raccoglie le radiazioni nella gamma 380-600 nm circa. Assorbe il rosso e trasmette il blu-verde

Il verde del solfato di nichel è dovuto al fatto che l'occhio umano raccoglie le radiazioni nella gamma 500 - 600 nm circa. Trasmette il verde e assorbe il rosso.

L'arancione del bicromato di potassio è dovuto al fatto che l'occhio umano raccoglie le radiazioni nella gamma 500-700 nm circa. Trasmette il giallo-rosso e assorbe il blu-violetto.

Spettro di assorbimento del permanganato di potassio

Nell'analisi in assorbimento è importante conoscere come varia l'assorbanza al variare della lunghezza d'onda.

Ciò viene espresso mediante appositi diagrammi chiamati spettri di assorbimento che riportano sulle ascisse le lunghezze d'onda e sulle ordinate i corrispondenti valori di assorbanza.

Si ottengono così delle curve che variano da sostanza a sostanza e presentano dei massimi caratteristici in corrispondenza delle lunghezze d'onda maggiormente assorbite.

Gli spettri di assorbimento sono particolarmente utilizzati in spettrofotometria dove rappresentano un'indispensabile fonte d'informazione per l'analisi qualitativa.

Vengono riportati nelle pagine successive gli spettri di assorbimento relativi a soluzioni di permanganato di potassio.

Lo spettro del permanganato di potassio è stato eseguito sia con il colorimetro Genesis che con lo spettrofotometro Varian.

I valori ottenuti con il colorimetro Genesis sono stati elaborati con il programma excel.

Alcuni allievi hanno disegnato manualmente lo spettro su carta millimetrata.

Determinazione della retta di taratura del permanganato

Lo scopo dell'esperienza è quello di verificare in che modo la pendenza della retta di taratura, e quindi la sensibilità di un metodo spettrofotometrico, dipenda dalle prestazioni strumentali, in particolare dalla banda passante in uscita dal monocromatore.

Si determina la retta di taratura del permanganato in soluzione con due diversi strumenti che hanno diversi tipi di monocromatore.

Reagenti

Soluzione concentrata di KMnO_4

Procedimento:

- Dalla soluzione standard di permanganato si preparano soluzioni diluite a concentrazione nota.
- Si legge l'assorbanza delle soluzioni a 525 nm, usando gli spettrofotometri disponibili ed azzerando con acqua distillata
- Si riportano le misure in un grafico concentrazione/A esprimendo le concentrazioni in mg/l.
- Per ogni retta si determina la sensibilità che corrisponde alla pendenza di ciascuna di esse

$\text{KMnO}_4(\text{mg/l})$	A(Genesis)	A(Varian)
2	0,083	0,0793
4	0,161	0,1635
6	0,256	0,2604
8	0,348	0,3627

Analisi delle acque

Sono state eseguite le analisi sui seguenti campioni d'acqua potabile:

- *Acqua "CURRUNI" Paternò*
- *Acqua "SIDRA"*
- *Acqua "Manganelli" Cibali*
- *Acqua "CARCACI"*
- *Acqua "LEVISSIMA"*

Alcuni allievi hanno determinato determinati parametri sui seguenti campioni:

- *Acqua prelevata presso la Spiaggia libera n°1 di Catania*
- *Acqua prelevata a S. Giovanni Li Cuti - Catania*
- *Acqua prelevata ad Aci Trezza*
- *Acqua prelevata nel fiume Simeto presso il Ponte Barca*

Classificazione delle acque

Classificazione idrologica

- Acque meteoriche (piogge, nevi). Sono considerate scarsamente potabili perché povere di Sali e non sempre controllate dal punto di vista igienico.
- Acque superficiali (fiumi, laghi, mare)
- Acque telluriche (acque provenienti da falde profonde). Sono quelle che presentano i migliori requisiti di potabilità.

Classificazione chimica (in base al residuo fisso che rappresenta tutte le sostanze organiche ed inorganiche che rimangono dopo aver allontanato completamente l'acqua)

- Acque meteoriche residuo fisso tra 10-80 mg/l
- Acque dolci residuo fisso tra 100 e 400 mg/l
- Acque salate residuo fisso maggiore di 30g/l
- Acque minerali:
 1. oligominerali con residuo fisso inferiore a 200 mg/l
 2. medio minerali con residuo fisso tra 200 e 1000 mg/l
 3. minerali con residuo fisso superiore a 1000 mg/l

Classificazione di utenza

- Acque potabili
- Acque industriali

Parametri di caratterizzazione

1) Parametri specifici associabili a processi redox (le acque sono sede di processi ossidoriduttivi associabili alle reazioni tra l'ossigeno disciolto ed il contenuto di sostanze riducenti che con l'ossigeno stabiliscono una serie di rapporti decisivi per la vita del corpo idrico. Si hanno due tipi di processi: chimico e biochimico. In quest'ultimo rientra il metabolismo dei microrganismi autotrofi che consumano l'ossigeno per ossidare sostanze organiche assunte dagli stessi)

- BOD
- COD
- IOD
- TOC

2) Parametri specifici associabili a equilibri acido-base

- Acidità
- Alcalinità alla fenolftaleina e al metilarancio
- PH

3) Parametri specifici relativi a sostanze in soluzione

- Residuo fisso
- Durezza
- Conducibilità

4) Parametri specifici relativi a componenti ordinari:

- Metalli alcalino e alcalino terrosi (assorbimento atomico)
- Solfati
- Cloruri
- Silice (UV-VIS)

5) Parametri specifici relativi a componenti indesiderabili:

- Azoto (presente in forma organica, ammoniacale, nitrosa o nitrica)
- Fosforo (otofosfati provenienti dai fertilizzanti, polifosfati dai detersivi, fosfati organici dai pesticidi)
- Solfuri, manganese, ferro, zinco, rame
-

6) Parametri aspecifici relativi a componenti tossici:

- Mercurio
- Arsenico
- Piombo
- Cromo
- Cianuri
- Inquinanti organici

7) Parametri microbiologici**Acqua potabile D.L. 02/02/2001 n°31**

Parametro analitico	Unità di misura	Valore max ammesso
Ione idrogeno		6,5 < pH < 9,5
Conducibilità	µS/cm	2500
Durezza	°F	15 - 50
Ossidabilità	mg/l	5
Cloruri	mg/l	250
Sodio	mg/l	200
Alluminio	µg/l	200
Ferro	µg/l	200
Manganese	µg/l	200
Rame	mg/l	1
Solfati	mg/l	250
Fosfati (P2O5)	mg/l	5
Nitrati	mg/l	50
Nitriti	mg/l	0,5
Magnesio	mg/l	50
Calcio	mg/l	150
Bicarbonato	mg/l	600
Residuo fisso	mg/l	1500
Ammonio	mg/l	0,5
Boro	µg/l	1
Cadmio	µg/l	5
Cromo	µg/l	50
Mercurio	µg/l	1
Nichel	µg/l	20
Piombo	µg/l	10

Determinazione del residuo fisso

Il residuo è il complesso di sostanze organiche ed inorganiche che rimangono dopo aver allontanato l'acqua dal campione.

Si determina per via gravimetrica.

In una capsula, dopo aver portato a peso costante, si pone una quantità nota d'acqua.

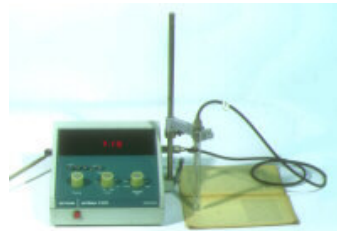
Si mette in stufa a 180°C e si fa evaporare tutta l'acqua.

Si riporta a peso costante e si determinano per differenza la quantità totale di sostanze rimaste dopo l'evaporazione.

Si esprime il risultato in mg/l

Determinazione del pH tramite pHmetro

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



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 l'acqua potabile da analizzare.

Lo strumento rileva direttamente il valore del pH.

Determinazione dei cloruri

Lo ione cloruro viene titolato con il nitrato d'argento 0.01N precedentemente standardizzato ed il punto di equivalenza viene rilevato utilizzando come indicatore il cromato di potassio che produce un precipitato rosso di cromato d'argento.

Reattivi: nitrato d'argento 0.01N
cromato di potassio al 5%.

Procedimento: Il campione d'acqua da 100 ml viene addizionato con 2 ml di indicatore e titolato con nitrato d'argento 0.01N fino al viraggio dal giallo al rosso chiaro.

Calcolo: Il parametro si esprime in mg/l e viene calcolato in base alla relazione:

g di ioni cloruro presenti in 100ml di acqua = $(N \times V):1000 \times 35.453$

dove: N = normalità del nitrato d'argento

V = volume del nitrato d'argento

Peso equivalente del cloro = 35.453

Il risultato ottenuto viene quindi convertito da g/100ml a mg/l

Controllo della soluzione di AgNO₃

Per controllare l'esatta normalità della soluzione di AgNO₃ si utilizza quale sostanza madre il cloruro di sodio puro.

Si procede al controllo della soluzione di AgNO₃ mediante il metodo di Mohr.

Materiale necessario: soluzione di NaCl, K₂CrO₄ al 5%.

Procedimento: Si preparano 250 ml di soluzione di NaCl 0.01N. Si prelevano 25ml di soluzione di NaCl precedentemente considerata e si pongono in un becher insieme ad 1 ml di cromato di potassio al 5%.

A questo punto si titola con nitrato d'argento molto rapidamente.

Giunti al punto di equivalenza si nota che la soluzione vira passando da una colorazione giallo canarino ad una colorazione rosa.

Per il calcolo della normalità di AgNO₃ si applica la formula:

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

Determinazione della durezza totale

Reattivi:

- EDTA 0,01M
- Indicatore neroeriocromoT mescolato in rapporto 1:100 con NaCl
- Tampone a pH = 10
-

Procedimento:

La titolazione viene eseguita su 100 ml di acqua. Il campione viene addizionato con circa 20 ml di tampone ammoniacale ed una piccolissima quantità di indicatore in modo da ottenere una debole colorazione rosa. Si titola con E.D.T.A. sino a viraggio all'azzurro.

Calcolo: La durezza totale è dovuta a tutti i sali di calcio e magnesio presenti nell'acqua. La durezza si esprime in gradi francesi, ossia mg di carbonato di calcio in 100 ml.

$$(M \times V) : 1000 \times 100 = \text{gCaCO}_3 / 100 \text{ ml}$$

dove: M = molarità EDTA

V = volume EDTA

Peso molecolare del $\text{CaCO}_3 = 100$

Tale valore viene quindi convertito da g/100ml a mg/100ml.

Controllo della soluzione di E.D.T.A. circa 0.01M

Titolazione con $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Materiale necessario:

- Solfato di zinco eptaidrato
- Soluzione tampone a pH = 10 ottenuta sciogliendo 54g di NH_4Cl in 200 ml di acqua con 350 ml di NH_4OH al 25% e diluendo infine ad 1 litro
- NeroeriocromoT.

Procedimento:

Si prepara una soluzione a titolo noto di $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.01M.

Si prelevano 25ml di soluzione e si aggiungono circa 30 ml di tampone ammoniacale controllando che il pH sia attorno a 10.

Si aggiunge a questo punto l'indicatore, ossia il neroeriocromoT, e si titola con EDTA fino al viraggio dal rosso ad azzurro.

Determinazione degli ioni calcio e magnesio

Materiale necessario:

- KOH al 20%
- acido calcon-carbonico
- neroeriocromo T
- EDTA 0.01M
- tampone a pH=10

Procedimento:

100 ml di campione d'acqua potabile si fanno reagire con KOH al 20% fino a pH=12 e precipitazione di $Mg(OH)_2$ (il magnesio viene così escluso dalla titolazione). Dopo aggiunta di acido calcon-carbonico quale indicatore, si riscalda a $50^\circ C$ e si titola il calcio con EDTA sino a viraggio dal rosso all'azzurro.

Altri 100 ml di campione sono trattati con 30 ml di tampone ammoniacale a pH = 10 e dopo aggiunta di neroeriocromo T quale indicatore si titola con EDTA sino a viraggio dal rosso all'azzurro.

Si determina così la durezza totale dell'acqua ossia la somma degli ioni Ca^{++} e Mg^{++} .

Sottraendo al volume totale il volume impiegato per determinare gli ioni calcio, si determina il volume impiegato per determinare gli ioni magnesio.

Dai volumi di EDTA, conoscendo la molarità dell'EDTA e i pesi atomici del calcio e magnesio è possibile risalire ai parametri Ca^{++} e Mg^{++} espressi in mg/l

Determinazione dei bicarbonati nelle acque

Alcalinità alla fenolftaleina e al metilarancio

L'acqua in esame viene titolata con acido forte utilizzando come indicatori dapprima la fenolftaleina e quindi il metilarancio.

Il consumo di acido nella prima titolazione può essere dovuto alla presenza di carbonati, ioni idrossido, fosfati, mentre l'acido consumato nella seconda titolazione dipende dai bicarbonati e dai fosfati acidi.

In base a questi consumi si possono calcolare due parametri aspecifici (alcalinità alla fenolftaleina e alcalinità al metilarancio) nonché tre parametri specifici (idrossidi, carbonati, e bicarbonato).

Reagenti

- Soluzione di HCl 0,05 N
- Fenolftaleina
- metilarancio

Procedimento

Si introducono 100 ml di campione d'acqua in esame in un becher e si aggiungono 2 gocce di fenolftaleina. Se si produce colorazione si titola con HCl fino al viraggio e si annota il volume **F** di acido impiegato.

Alla soluzione incolore comunque ottenuta si aggiunge metilarancio.

Si riazzerà la buretta e si titola con HCl sino al nuovo viraggio (dal giallo al rosa arancio).

Si annota il volume **M** di acido impiegato in questa seconda titolazione.

Risultati

$F = 0, M \neq 0$ sono presenti i soli bicarbonati calcolabili in base ad **M**

$F \neq 0, M = 0$ sono assenti sia bicarbonati che carbonati e sono presenti solo idrossidi rilevabili con **F**

$F = M \neq 0$ sono presenti solo carbonati

$F > M \neq 0$ sono presenti solo idrossidi e carbonati, i primi corrispondenti al volume **F-M**, i secondi al volume **M**

$F < M \neq 0$ sono presenti solo carbonati e bicarbonato, i carbonati corrispondenti al volume **F**, i bicarbonato al volume **M-F**.

L'alcalinità viene espressa come milliequivalenti per litro di acqua in esame.

Dai milliequivalenti è possibile risalire ai bicarbonati, carbonati e ioni idrossido.

Nell'acqua potabile analizzata chiaramente erano presenti soltanto bicarbonati.

IOD

DETERMINAZIONE DELLE SOSTANZE ORGANICHE TRAMITE OSSIDAZIONE CON PERMANGANATO DI POTASSIO A CALDO

(Metodo Kubel)

L'analisi è basata sulla capacità dello ione permanganato di ossidare le sostanze organiche ad anidride carbonica ed acqua.

Il permanganato (in ambiente acido per la presenza di acido solforico) si riduce a ione manganoso e fornisce l'ossigeno che serve per far avvenire l'ossidazione delle sostanze organiche, così mettiamo in diretta correlazione il consumo di ossigeno e il permanganato.

La reazione è una ossido-riduzione in quanto il manganese si riduce e l'ossigeno si ossida.

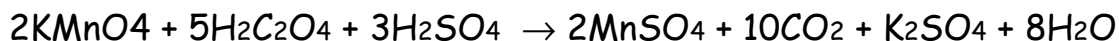
Il tenore di sostanze organiche viene espresso in mg di ossigeno per litro di acqua (consumo di ossigeno).

Il Decreto del Presidente della Repubblica concernente la qualità delle acque destinate al consumo umano per il consumo di ossigeno fissa un valore guida tra i 0,5 mg/l e i 5 mg/l.

In un volume opportunamente misurato di acqua da analizzare si introduce un po' di soluzione di acido solforico (per creare un ambiente acido) e un numero noto di equivalenti di permanganato di potassio, dopo di che si fa bollire, così una parte del permanganato reagisce ossidando le sostanze organiche ed una parte, che non ha reagito, rimane nell'ambiente di reazione.

Dopo l'ebollizione si introduce un numero di equivalenti di acido ossalico ($H_2C_2O_4$) pari al numero di equivalenti di $KMnO_4$ e l'acido ossalico reagisce rapidamente con il permanganato.

Avviene questa reazione:



Al termine di questa reazione rimane un eccesso di acido ossalico pari al numero di equivalenti di permanganato che hanno reagito con le sostanze organiche.

Si titola con la soluzione di permanganato l'acido ossalico rimasto in eccesso, la soluzione vira quando assume una colorazione rosa pallido stabile.

Gli equivalenti di permanganato utilizzati nella titolazione ci permettono di calcolare il consumo di ossigeno in mg per litro di acqua.

ESECUZIONE DELL'ANALISI

Si introducono nel becher 100 ml del campione e si aggiungono 10 ml di acido solforico e poi, con la buretta, 10 ml di soluzione di permanganato 0,01 N.

Si fa bollire per 10 minuti circa, in questa fase il permanganato ossida le sostanze organiche e una parte degli equivalenti si consumano.

Si aggiungono a caldo, con la buretta, 10 ml di soluzione di acido ossalico 0,01 N, quindi si titola a caldo, l'acido ossalico in eccesso con la soluzione di permanganato 0,01 N fino a debole colore rosa persistente.

Nell'ambiente di reazione è stato introdotto lo stesso numero di equivalenti di permanganato e di acido ossalico, ma parte del permanganato si era già consumato durante l'ebollizione perché ha reagito con le sostanze organiche.

Al termine il numero degli equivalenti di acido ossalico in eccesso è pari al numero degli equivalenti di permanganato consumati nell'ossidazione delle sostanze organiche, quindi si determina il numero di equivalenti di permanganato di potassio utilizzati per ossidare le sostanze organiche presenti in 100 ml di acqua e da questo dato si può calcolare il consumo di ossigeno.

DETERMINAZIONE DELL' AMMONIACA NELLE ACQUE CON IL METODO COLORIMETRICO

Metodo di Nessler

L'ammoniaca forma con il reattivo di Nessler un precipitato bruno che per tracce di ammoniaca resta in soluzione colloidale gialla.

Dalla reazione di doppio scambio tra cloruro di mercurio $HgCl_2$ e ioduro di potassio si ottiene lo ioduro di mercurio poco solubile in H_2O , si scioglie con facilità in soluzioni contenenti ioduro di potassio, formando lo iodomercurato K_2HgI_4 .

Le soluzioni di questo sale complesso con eccesso di idrato potassico costituisce il reattivo di Nessler, sensibilissimo nei confronti dell'ammoniaca. Ne basta infatti appena una goccia per dare una tipica colorazione gialla.

Reattivi:

- Reattivo di Nessler (si ottiene aggiungendo a 62 g di KI una soluzione satura di $HgCl_2$, necessaria a formare un precipitato rosso. Si aggiungono 150 g di KOH e si porta ad 1 l).
- Soluzione alcalina di NaOH 20%.
- Soluzione di tartrato di sodio e potassio al 30%.
- Soluzione standard di NH_4Cl 100 mg/l in NH_4^+ (ione).

Preparazione della soluzione standard di NH_4^+ (ione) 100 mg/l partendo da NH_4Cl :

P.M. NH_4Cl = 53

P.M. NH_4^+ (ione) = 18

$$53 : 18 = x : 0,1$$

$$x = 0,29 \text{ g/l}$$

Successivamente si diluisce da 100 mg/l a 5 mg/l (facendo quindi una diluizione 1:20)

Procedimento

Vengono preparati sei palloni di ugual volume (100 ml) in quattro dei quali verranno introdotte le soluzioni standard diluite a 5 mg/l e nei rimanenti due palloni il campione e il bianco.

Nei quattro palloni verranno messi rispettivamente 5,10,15,20 ml di standard 5 mg/l. Vengono quindi aggiunti 50 ml di H_2O distillata per il bianco e nel pallone per il campione 50 ml di campione.

Nei sei palloni vanno aggiunti contemporaneamente 1 ml di NaOH, 1 ml di tartrato di sodio e potassio (stabilizzante), si portano circa ad un volume di 75 ml con H_2O distillata.

Si aggiungono 2 ml di reattivo di Nessler, si portano a volume e si legge l'assorbanza dopo 15 minuti a 420 nm.

Nelle pagine seguenti viene riportato lo spettro di assorbimento della soluzione ammoniacale ed inoltre la retta di taratura eseguita con lo spettrofotometro VARIAN.

Lo strumento automaticamente ha dato il valore di assorbanza e quindi di concentrazione di ammoniaca in tutti i campioni incogniti.

DETERMINAZIONE DEI NITRITI NELLE ACQUE CON IL METODO COLORIMETRICO

METODO DI GRIESS

L'acido solfanilico viene diazotato dai nitriti nella acque e il sale di diazonio così ottenuto copola con l' α naftil ammina e porta alla formazione di un colorante rosso che ha un massimo di assorbimento a 520 nm.

Il colore non è stabile ed è richiesta la standardizzazione dei tempi di lettura a 15 minuti dopo l'aggiunta dei reattivi.

Reattivi:

- Acido Solfanilico (6 g di reattivo in 700 ml di H₂O distillata + 200 ml di HCl concentrato e portati a 1 litro).
- α Naftil Ammina (6 g di reattivo in 900 ml di H₂O distillata + 10 ml di HCl concentrato e portati a 1 litro).
- Acetato di sodio (164 g di sale anidro in 1 l).

Preparazione della soluzione standard di NO₂⁻ (100 mg/l) partendo da NaNO₂ :

P.M. NaNO₂ = 69

P.M. NO₂⁻ = 46

$$69 : 46 = x : 0,1$$

$$x = 0,15 \text{ g}$$

Successivamente si diluisce da 100 mg/l a 2 mg/l effettuando una diluizione 1:50.

Preparazione degli standard:

Vengono preparati sette palloni di ugual volume (100 ml), in cinque dei quali verrà messo lo standard e nei rimanenti due il campione e il bianco.

Modo di operare:

Nei cinque palloni verranno messi rispettivamente 1,2,3,4,5 ml di standard 2 mg/l. Vanno messi 50 ml di H₂O distillata per il bianco e nel pallone per il campione 50 ml di campione.

Ai sette palloni vanno aggiunti contemporaneamente 1 ml di acido solfanilico.

Si agitano per 5 minuti e si aggiunge 1 ml di α naftil ammina e 1 ml di acetato di sodio.

Si portano i palloni a volume e dopo 15 minuti si legge l'assorbanza a 520 nm.

Nelle pagine seguenti viene riportato lo spettro di assorbimento del colorante azoico ed inoltre la retta di taratura eseguita con lo spettrofotometro VARIAN.

Lo strumento automaticamente ha dato il valore di assorbanza e quindi di concentrazione di ione nitrito in tutti i campioni incogniti.

Determinazione dei fosfati nelle acque

Principio

I fosfati presenti nell'acqua vengono trattati con molibdato e trasformati in fosfomolibdato ammonico in base alla seguente reazione:



Per concentrazioni dell'ordine di 1 mg/l il fosfomolibdato ha una debole colorazione gialla o appare del tutto incolore. Trattato con riducenti come acido ascorbico, idrochinone, cloruro stannoso, esso si trasforma in blu di molibdeno, un composto non ben definito in cui il molibdeno si trova contemporaneamente a diversi stati di ossidazione. Il composto è inoltre caratterizzato da una larga banda di assorbimento nel visibile con il massimo nel vicinissimo IR, il che consente letture spettrofotometriche tra 650 e 800 nm.

Reagenti:

- Reattivo al molibdato: si sciolgono 50 g di molibdato ammonico in 800 ml di acqua, quindi si aggiungono 200 ml di acido solforico
- Acido ascorbico: si sciogono 23 g di acido in acqua e si porta a 1 litro
- Sodio solfito: soluzione 110 g/l di sale idrato in acqua
- Standard di fosforo soluzione madre a 500 mg/l in P₂O₅. Al momento dell'uso questa soluzione deve essere diluita a 10 mg/l. Per lo standard si utilizza KH₂PO₄

Procedimento:

- In palloni da 100 ml si introducono opportune aliquote della soluzione standard diluita in modo da realizzare una serie di soluzioni a concentrazione nota comprese tra 0,1 e 1,5 mg/l di P₂O₅.
- In palloni da 100 ml si introducono i campioni di acqua in esame, in quantità tali che dopo aver portato a volume la concentrazione risulti compresa tra 0,5 e 1 mg/l di P₂O₅.
- In tutti i palloni si introducono 10 ml di solfito, 10 ml di molibdato e 10 ml di acido ascorbico. Si agitare e si porta a volume
- Si legge l'assorbanza di tutte le soluzioni a 700 nm dopo 30 minuti dall'aggiunta dei reattivi rispetto ad un bianco preparato con gli stessi reattivi ma con acqua distillata al posto del fosfato
- Si esprime il risultato in mg/l di P₂O₅

Nelle pagine seguenti viene riportato lo spettro di assorbimento del complesso "blu di molibdeno" ed inoltre la retta di taratura eseguita con lo spettrofotometro VARIAN. Lo strumento automaticamente ha dato il valore di assorbanza e quindi di concentrazione di P₂O₅ in tutti i campioni incogniti.

COLORIMETRO HANNA

PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO :

L'assorbanza luminosa è un fenomeno di interazione tra le radiazioni elettromagnetiche (ad es. luce) e la materia. Quando un raggio luminoso attraversa una sostanza, parte della radiazione viene assorbita dalla sua struttura atomica, molecolare o cristallina. Secondo la legge di Lambert-Beer, la quantità di radiazione elettromagnetiche assorbite dipende dalla lunghezza del cammino ottico della radiazione all' interno della sostanza e dalle caratteristiche fisico-chimiche di quest'ultima:

$$A = \log I_0 / I = \epsilon c d$$

Dove :

A = assorbanza

I_0 = intensità della radiazione luminosa (incidente)

I = intensità della radiazione luminosa dopo l' assorbimento del campione (uscente)

ϵ = coefficiente di estinzione molare , caratteristico della sostanza che assorbe la luce ad una data lunghezza d'onda

c = concentrazione molare della soluzione

d = cammino ottico della radiazione all' interno della sostanza

Quindi la concentrazione "c" può essere calcolata conoscendo l' assorbanza della sostanza, quando siano noti gli altri fattori. L' analisi chimica fotometrica si basa sulla possibilità di ottenere un composto assorbente mediante una specifica reazione chimica tra il campione e i reagenti. Poiché l' assorbanza di un composto dipende strettamente dalla lunghezza d' onda del raggio luminoso incidente, al fine di ottimizzare le misure devono essere scelte una opportuna ampiezza di banda ad una idonea l' lunghezza d' onda centrale. Il sistema ottico utilizzato nella serie C 200 è realizzato con speciali lampade al tungsteno microminiaturizzate e filtri ad interferenza a banda stretta per garantire risultati accurati. I quattro canali di misurazione utilizzati, che operano con quattro differenti lunghezze d'onda, permettono di misurare un' ampia gamma di parametri con un solo strumento. Lo schema di funzionamento del sistema ottico dei fotometri C 200 è riportato nella figura sottostante :

Lampada al tungsteno → Filtro / Lente / Cuvetta di misura → Sensore luce
Luce emessa

Una lampada al tungsteno emette una radiazione luminosa che viene filtrata da un filtro interferenziale allo scopo di fornire un raggio luminoso di intensità I. Il raggio

luminoso, caratterizzato da una stretta ampiezza di banda spettrale, colpisce il contenuto della cuvetta. Il cammino ottico è determinato dal diametro della cuvetta. La cella fotoelettrica raccoglie la radiazione I che non viene assorbita dal campione e la converte in corrente, producendo quindi un potenziale in millivolt (mV). Il microprocessore converte questo valore nell' unità di misura più appropriata (ppm , ppt , ecc.) , visualizzando automaticamente la misura sul display . L' operazione di misura è composta da due fasi : la prima è di azzeramento (misura di riferimento) e la seconda è di analisi . E' importante che le cuvette utilizzate per le due fasi di misura siano otticamente identiche per ottenere le stesse condizioni di misura . Quando è possibile è opportuno utilizzare la stessa cuvetta per entrambi le fasi . E' necessaria che la superficie delle cuvette usate sia accuratamente pulita e priva di graffi , poiché l' inosservanza di queste condizioni può causare effetti di riflessione e assorbimento della luce , e quindi dare origine ad interferenze ed imprecisioni della misura . E' raccomandato di non toccare la cuvetta direttamente con le dita , ma utilizzare sempre guanti di gomma , per evitare di sporcare la superficie della cuvetta con impronte digitali . Inoltre , per mantenere le stesse condizioni durante la fase di azzeramento ad i quella di analisi , è necessario chiudere la cuvetta per evitare le contaminazioni .

DETERMINAZIONE DEI NITRATI

SPECIFICHE :

- Scala 0,0 a 30,0 mg/L
- Risoluzione 0,1 mg/L
- Precisione $\pm 0,5 \text{ mg/L} \pm 10\%$ della lettura
- Sorgente lum. Lampada al tungsteno con filtro interferenziale con lunghezza d' onda a 525 nm
- Metodo La reazione tra azoto-nitrato e i reagenti conferirà al campione una colorazione ambra .

REAGENTI RICHIESTI :

Codice	Descrizione	Quantità da utilizzare
HI 93728-0	Reagente in polvere	1 bustina

PROCEDURA ANALISI :

- Premere PROGRAM finchè sul livello secondario del display sarà visualizzato il numero del programma per l' analisi dei nitrati .
- Riempire la cuvetta fino al segno con 10 ml di campione senza reagente , e mettere il tappo .
- Inserire la cuvetta nella cella di misura , ruotandola fino a che la tacca sul tappo e quella sullo strumento corrispondono . In questa posizione la cuvetta è bloccata .
- Premere il pulsante ZERO e sul display sarà visualizzato il simbolo "SIP" .
- Dopo alcuni secondi il display visualizzerà l' indicazione "-0,0-" . Lo strumento ha terminato la misura del riferimento (zero) e si può iniziare la misura del campione .
- Togliere la cuvetta dalla cella di misura ed aggiungere il contenuto di una bustina del reagente HI 93728 .
- Tappare immediatamente e agitare su e giù energicamente per 10 secondi . Continuare ad agitare lentamente la cuvetta trasversalmente facendo attenzione a non provocare bolle d' aria per 50 secondi . Un eventuale deposito non altera il risultato . Il tempo e modo di agitare potrebbero alterare sensibilmente il risultato delle analisi .
- Reinscrivere la cuvetta nello strumento facendo attenzione a non agitarla .
- Premere il tasto TIMER . Il display visualizzerà un conto alla rovescia al termine del quale visualizzerà sul display la misura . Oppure attendere 10 minuti (tempo necessario per la reazione) e quindi premere READ DIRECT . In entrambi i casi , durante la misura verrà visualizzato l' indicazione "SIP" .
- Lo strumento visualizzerà direttamente sul display la concentrazione in mg/L di azoto-nitrato .
- Per convertire la lettura in mg/L di ione nitrato , moltiplicare per il fattore 4,43.

Determinazione dell'ossigeno disciolto

SPECIFICHE :

- Scala 0,0 a 10,0 mg/L (ppm)
- Risoluzione 0,1 mg/L
- Precisione $\pm 0,4$ mg/L $\pm 3\%$ della lettura
- Sorgente lum. Lampada al tungsteno con filtro interferenziale con lunghezza d' onda a 420 nm .
- Metodo Adattamento dei metodi standard per l'esaminazione dell' acqua e scarichi d' acqua , col metodo di Winkler . La reazione tra l' ossigeno disciolto e il reattivo provoca una colorazione gialla del campione .

REAGENTI RICHIESTI :

Codice	Descrizione	Quantità da utilizzare
HI 93732A-0	Reagente A	5 gocce
HI 93732B-0	Reagente B	5 gocce
HI 93732C-0	Reagente C	10 gocce

PROCEDURA ANALISI :

- Premere PROGRAM finchè sul livello secondario del display sarà visualizzato il numero del programma per l' analisi dell' ossigeno disciolto .
- Riempire una bottiglia da 60 ml completamente col campione senza reagenti .
- Tappare ed assicurarsi che un pò di campione fuoriesca . E' un metodo per assicurarsi che non vi siano bolle d' aria .
- Togliere il tappo ed aggiungere 5 gocce di HI 93732A e 5 gocce di HI 93732B . Chiudere nuovamente assicurandosi che non vi siano bolle d' aria .
- Muovere lentamente la soluzione . Il campione diventerà arancione con precipitato .
- Lasciare il campione a riposo per far depositare il precipitato .
- Dopo due minuti , quando la parte superiore della bottiglia sarà limpida aggiungere 10 gocce di HI 93732C .
- Tappare ed agitare delicatamente . Il campione è pronto per essere misurato quando diventerà giallo e limpido .
- Riempire la cuvetta fino al segno con 10 ml col campione puro , tappare . Questo è il nostro bianco .
- Inserire la cuvetta nella cella di misura , ruotandola fino a che la tacca sul tappo a quella sullo strumento corrispondono . In questa posizione la cuvetta è bloccata .
- Premere il pulsante ZERO e sul display sarà visualizzato il simbolo "SIP" .

- Dopo alcuni secondi il display visualizzerà l' indicazione “-0,0-” . Lo strumento ha terminato la misura del riferimento (zero) e si può iniziare la misura del campione .
- Rimuovere il bianco .
- Riempire la cuvetta col campione già reagito fino al segno 10 ml e tappare .
- Inserire la cuvetta nello strumento .
- Premere il tasto READ DIRECT e sullo strumento comparirà “SIP” durante la misura .
- Lo strumento visualizzerà quindi direttamente sul display il valore dell' ossigeno disciolto espresso in mg/L

Risultati ottenuti

Acqua "Curruni" Paternò

pH	6,4
Ione ammonio (mg/l)	0,19
Nitriti (mg/l)	0,05
Nitrati (mg/l)	40,7
Fosfati (mg/l)	2,8
Bicarbonato (mg/l)	756
Cloruri (mg/l)	46
IOD (mg/l di O ₂)	0,9
OD (mg/l di O ₂)	11
Durezza totale (°F)	43

Acqua "SIDRA" Catania

pH	7,2
Residuo fisso (mg/l)	600
Ione ammonio (mg/l)	0,05
Nitriti (mg/l)	0,03
Nitrati (mg/l)	23,5
Fosfati (mg/l)	2,7
Bicarbonato (mg/l)	480
Cloruri (mg/l)	90
IOD (mg/l di O ₂)	1,5
OD (mg/l di O ₂)	8,8
Durezza totale (°F)	30

Acqua “Manganelli” Cibali

pH	7,4
Ione ammonio (mg/l)	0,12
Nitriti (mg/l)	0,13
Nitrati (mg/l)	33
Fosfati (mg/l)	3,5
Bicarbonato (mg/l)	1100
Cloruri (mg/l)	98
IOD (mg/l di O2)	0,8
OD (mg/l di O2)	10
Durezza totale (°F)	80

Acqua “Carcaci” Fasano

pH	7,2
Ione ammonio (mg/l)	0,08
Nitriti (mg/l)	0,00
Nitrati (mg/l)	8,4
Fosfati (mg/l)	2,5
Cloruri (mg/l)	96
IOD (mg/l di O2)	0,3
OD (mg/l di O2)	10
Durezza totale (°F)	55

Acqua “Levissima”

pH	7,5
Ione ammonio (mg/l)	0,00
Nitriti (mg/l)	0,00
Nitrati (mg/l)	1,5
Fosfati (mg/l)	0,3
Bicarbonato (mg/l)	58
Cloruri (mg/l)	7
IOD (mg/l di O2)	1,12
Durezza totale (°F)	28

	Playa Spiaggia libera N°1	Aci Trezza	Aci Castello	Fiume Simeto
pH	7,3	7,6	7,6	7,8
Ione ammonio (mg/l)	0,5	21	17	0,16
Nitriti (mg/l)	1,28	0,3	0,6	1,25
Fosfati (mg/l)	4,6	1,6	1,7	2,4
OD	2,2	4,5	6,4	8,2
IOD	4,16	10,6	4	1,5

Distribuzione di frequenza e misure di dispersione nella misura delle masse di un gruppo di oggetti

Estratto

Si sono misurate le masse di alcuni gruppi di oggetti simili; per ognuno di essi si sono formati delle classi di frequenza basate sull'ampiezza del campo di variazione delle masse stesse. E' stata quindi calcolata la frequenza assoluta e percentuale e la dispersione attorno alla media con la deviazione standard ed il coefficiente di variazione. Tali distribuzioni sono state rappresentate graficamente con istogrammi.

Introduzione

Nel raccogliere i dati riguardanti le caratteristiche di una popolazione di oggetti è spesso impossibile osservare l'intero gruppo specialmente se questo è molto grande così che comunemente si compiono osservazioni su una parte chiamata campione. Se il campione è rappresentativo di una popolazione di oggetti è possibile ricavare attraverso uno studio statistico, importanti conclusioni riguardanti la popolazione stessa; poiché tali conclusioni non possono essere certe in valore assoluto, in tale analisi interviene un fattore probabilistico legato alla casualità del prelievo del campione. Per tale motivo i dati grezzi relativi all'osservazione del campione di una popolazione tenderanno a disporsi in modo non omogeneo all'interno del loro campo di variazione, risultando più numerosi nella zona centrale.

E' comodo osservare i dati grezzi raccogliendoli in classi determinandone la frequenza e rappresentando tale distribuzione con un istogramma. Sarà molto probabile che il dato relativo ad un ulteriore campione appartenga ad una classe già inclusa sotto la curva di frequenza; ne consegue che la curva di frequenza è legata alla probabilità di osservazioni.

Una delle curve di frequenza più importanti è la curva di Gauss, dalla caratteristica forma a campana, attraverso la quale vengono definite le principali misure di dispersione statistica, cioè l'attitudine dei dati numerici a disporsi attorno ad un valore medio; tra i parametri di dispersione si è preso in considerazione la deviazione standard ed il coefficiente di variazione.

Materiale e metodo

Le osservazioni sono state condotte sui campioni degli oggetti di tabella 1.

Sono stati raccolti da 32 a 48 dati per ogni campione ed i dati grezzi rappresentati in tabella in ordine crescente. **La tabella 1 riporta le masse in grammi dei campioni**

Raccolta ed elaborazione dati

Utilizzando il programma excel sono stati costruiti gli istogrammi di frequenza ed è stata calcolata la media x , la deviazione standard e il CV %.

Come indice statistico di posizione è stata calcolata quindi la media mentre come misure di dispersione sono state calcolate sia la deviazione standard indicata con σ sia il coefficiente di variazione percentuale.

Allo scopo di verificare quanto l'istogramma ottenuto si avvicini alla distribuzione normale sono stati calcolati il numero e la percentuale dei campioni compresi negli intervalli $x \pm \sigma$, $x \pm 2\sigma$, $x \pm 3\sigma$, che teoricamente in base alla curva normale dovrebbero risultare pari a :

$$x \pm \sigma = 68,3\%$$

$$x \pm 2\sigma = 95,5\%$$

$$x \pm 3\sigma = 99,7 \%$$

In tabella 2 sono riportati il numero dei campioni compresi nell'intervallo $x \pm \sigma$, per verificare se vi cade il 68% delle misure effettuate. Soprattutto per mandorle e noci la percentuale si discosta da quella teorica. Il calcolo dei dati che cadono tra $x \pm 2\sigma$ è servito a verificare se tra i valori $x \pm 2\sigma$ cade il 95% delle misure. Ciò è ben verificato per tutti i campioni escluse le castagne che raggiungono già il 100%. Infine con $x \pm 3\sigma$ si è verificato se nell'intervallo più ampio cadono il 99% delle misure.

Discussione

Per la maggior parte dei campioni presi in esame l'andamento delle distribuzioni delle frequenze sperimentali si discosta da quello teorico perché il numero di oggetti considerati non supera il numero di 50. va comunque rilevato che le distribuzioni sono sufficientemente accettabili e perciò abbastanza significativi risultano anche i parametri statistici ricavati. Dai CV % si può notare che la dispersione attorno al valore medio è accettabile, raggiungendo al massimo il 20%

Conclusioni

I risultati ottenuti sono abbastanza soddisfacenti dal punto di vista statistico anche se le distribuzioni di frequenze non si adattano perfettamente all'andamento della curva normale.

Tale risultato non ha sorpreso perché è noto che le diverse variabili che influenzano un campionamento provocano distribuzioni non normalizzate.

Questo lavoro sia per la parte sperimentale ma tanto più per quella di elaborazione ci ha permesso di affrontare con chiarezza il significato statistico della raccolta e del trattamento dei dati sperimentali

	castagne	noci	mandorle	fagioli
1	4,64	5,93	2,9	0,56
2	4,68	5,94	3	0,67
3	4,8	5,95	3,1	0,67
4	4,9	6,04	3,1	0,7
5	5,06	6,09	3,2	0,71
6	5,12	6,1	3,3	0,71
7	5,28	6,11	3,3	0,72
8	5,36	6,15	3,4	0,73
9	5,48	6,24	3,5	0,73
10	5,5	6,3	3,5	0,74
11	5,56	6,31	3,6	0,74
12	5,58	6,32	3,7	0,75
13	5,64	6,37	3,7	0,75
14	5,66	6,39	3,8	0,76
15	5,66	6,45	3,8	0,76
16	5,8	6,48	3,9	0,77
17	5,82	6,51	3,9	0,78
18	5,84	6,56	3,9	0,8
19	5,9	6,56	3,9	0,8
20	5,94	6,57	4	0,8
21	5,94	6,6	4	0,8
22	5,96	6,63	4,2	0,8
23	6,09	6,64	4,2	0,82
24	6,1	6,65	4,2	0,83
25	6,28	6,67	4,2	0,83
26	6,32	6,67	4,3	0,86
27	6,52	6,82	4,3	0,86
28	6,68	6,86	4,3	0,86
29	6,72	6,88	4,3	0,86
30	6,92	6,91	4,4	0,87
31	7	6,97	4,4	0,87
32	7,08	7,11	4,4	0,87
33		7,11	4,5	0,87
34		7,17	4,6	0,87
35		7,24	4,7	0,89
36		7,38	4,8	0,89
37		7,38	4,8	0,9
38		7,59	4,8	0,9
39		7,59	5	0,92
40			5,1	0,92
41			5,1	0,92
42			5,6	0,96
43			5,7	0,96
44			5,8	0,97
45			5,9	0,99
46			6	1
47			6,2	1,04
48			6,2	1,15

Tabella 1

Nota:

Ampiezza degli intervalli di classe :

castagne = 0,5g

noci = 0,5 g

mandorle = 0,5 g

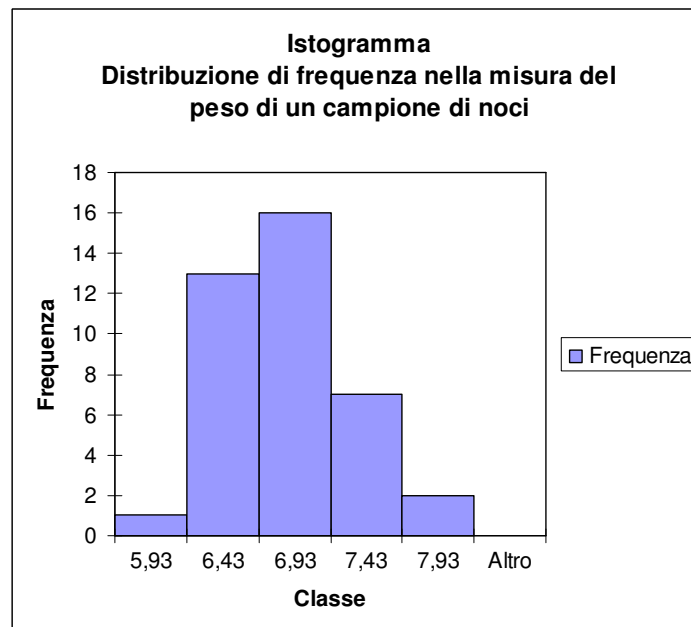
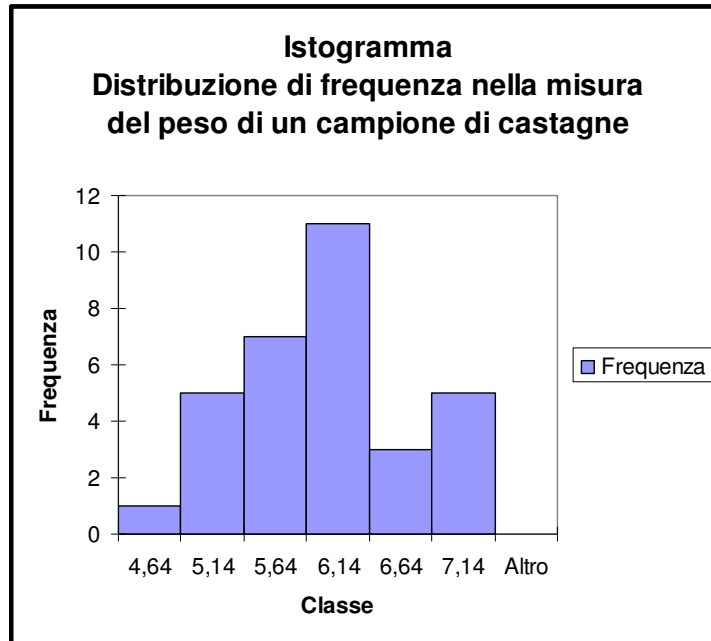
fagioli = 0,1 g

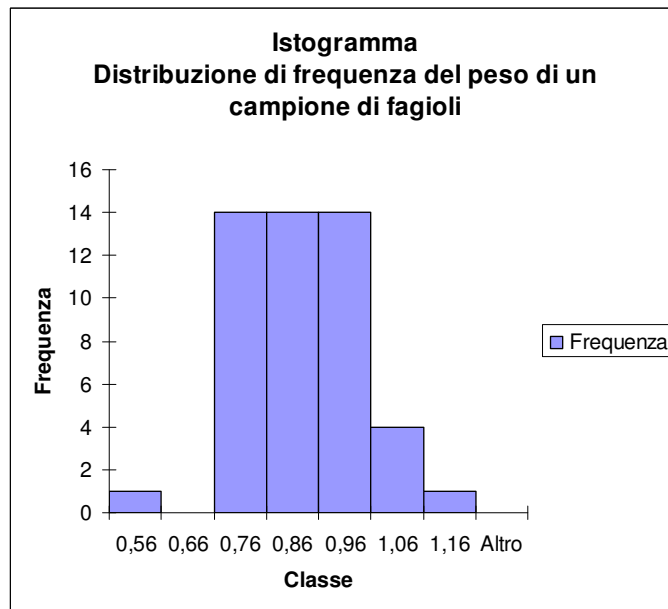
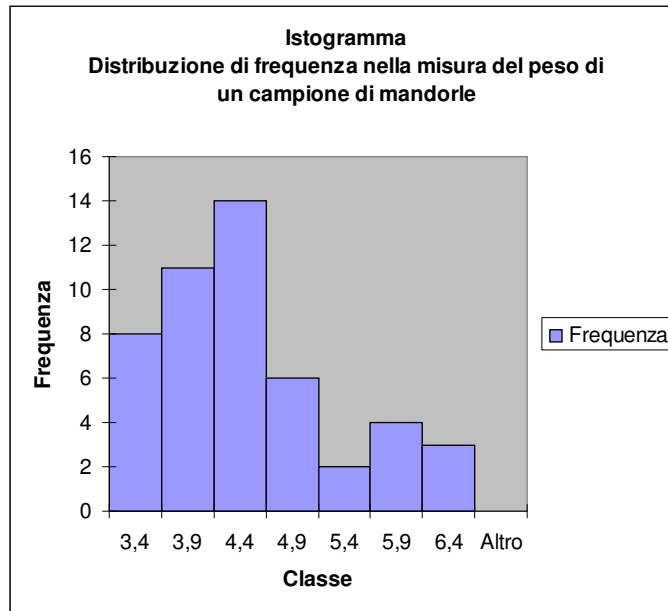
Parametri statistici calcolati

materiali	media	σ	CV %
castagne	5,81	0,66	11,3
noci	6,62	0,46	6,9
mandorle	4,29	0,86	20,1
fagioli	0,83	0,11	13,2

Verifica della normalità delle distribuzioni di frequenza

materiali	media	n°	σ	$x \pm \sigma$		$x \pm 2\sigma$		$x \pm 3\sigma$	
				n°	%	n°	%	n°	%
Castagne	5,81	32	0,66	20	62,5	32	100	32	100
Noci	6,62	39	0,46	23	58,9	37	95	39	100
Mandorle	4,29	48	0,86	34	71	46	96	48	100
Fagioli	0,83	48	0,11	35	73	46	96	48	100





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 biologico il latte é un secreto della ghiandola mammaria, in parte di origine ematica e in parte elaborato dalla mammella stessa.

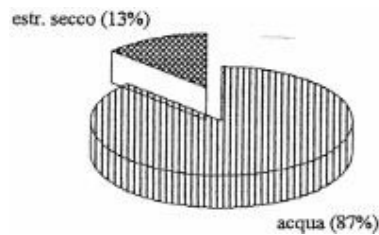
Da un punto di vista chimico-fisico il latte é una miscela di acqua che tiene in soluzione zuccheri, sostanze azotate, vitamine, sali minerali e tiene in sospensione grassi, alcune vitamine liposolubili, proteine ed ancora alcuni sali.

Caratteristiche analitiche

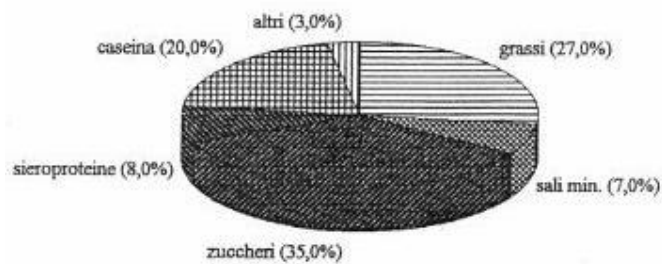
pH	6,7-6,8
Peso specifico del latte intero a 15°C	1,029-1,034
Peso specifico col siero a 15°C	1,026-1,030
Grasso	3%
Sostanza secca	10,30-14,70
Residuo secco magro	≥8,70%
Sostanze azotate	2,2-4,6%
Lattosio	3-6%
Punto di congelamento	-0,53/-0,56
Ceneri	0,4-0,8 %
Acidità	7-8° SH
Vitamina C	1,6mg per 100 ml
Unità di fosfatasi	>500

COMPOSIZIONE CHIMICA DEL LATTE

(bovino e caprino)



L'87-88% del latte è costituito da H₂O la rimanente frazione solida (13% circa) è 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
pH	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.

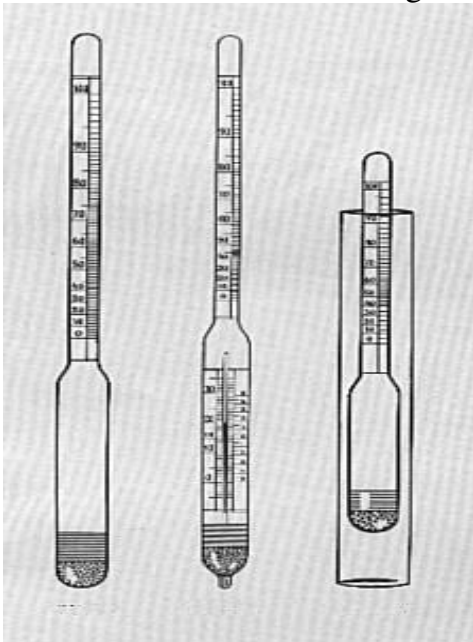
Per determinare la densità del latte sono stati utilizzati due metodi:

1° metodo:

Il metodo più usato è 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: $d = 1,032 \text{ g/ml}$



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	M	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

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 Soxhlet-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

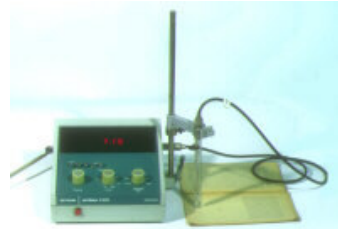
A 100 ml di latte (diluiti con acqua distillata) vengono aggiunte alcune gocce di fenolftaleina; a questo punto si titola con NaOH 0.25N fino a colorazione rosa persistente.

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

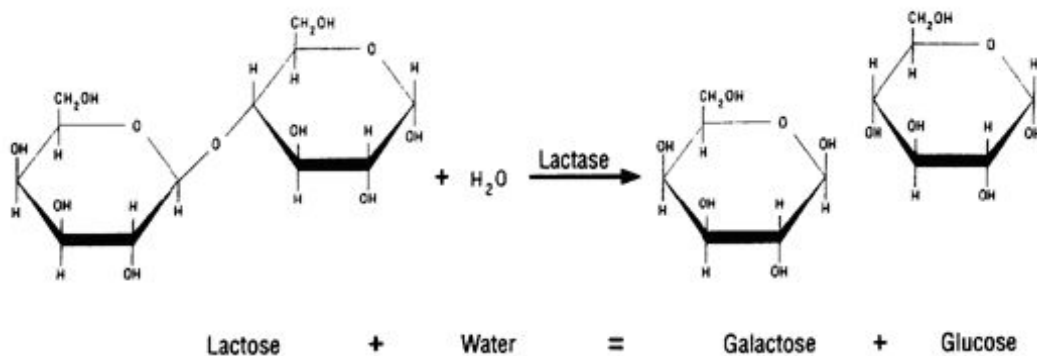
Il piaccametro viene prima tarato con soluzione tampone a pH 4 e una soluzione tampone a pH 7.

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

Lo strumento rileva direttamente il valore del pH.

Valore ottenuto: pH = 6,8

Determinazione di Lattosio % in un campione di latte



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 latte), 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 CuSO_4 in 500 ml di acqua distillata;
- Reattivo di Fehling B 173 g di $\text{KOOOC-CHOH-CHOH-COONa}$ (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;

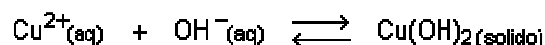
Bilancia analitica;

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 $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. 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



e la loro concentrazione in soluzione risulta troppo bassa perché il reattivo possa essere efficace. Il reattivo di Fehling presenta una intensa colorazione blu: è il colore impartito alla soluzione dal complesso Cu^{2+} -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

$$0,0678 : 32,5 = x : 100$$

$$X = 0,2086 \text{ (g di lattosio in 100 ml di siero)}$$

$$0,2086 : 5 = x : 100$$

$$X = 4,17 \%$$

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

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

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
pH	6,5	6,4	6,5	6,5
Lattosio %	4,14	5,23	4,14	5,29
Estratto secco %	12,3	11,9	12,4	11,4

Analisi del formaggio



Tipi di formaggi

Formaggi a Pasta Molle	Maturazione rapida(da 6 gg a 6 mesi); percentuale di umidità 45 – 55%; coagulazione lenta; notevole acidità; spurgo spontaneo; crosta per lo più ammuffita responsabile della caratteristica colorazione	TALEGGIO, GORGONZOLA, ROBIOLA STAGIONATA, CRESCENZA, ITALICO, CACIOTTA
Formaggi a Pasta Semidura e Dura	Maturazione media o lunga; cagliata cotta in caldaia; molto disidratati di lunga conservazione	GRANA PADANO, PARMIGGIANO REGGIANO, PECORINO SICILIANO, EMMENAL, ASIAGO
Formaggi a Pasta Filata Tenera	Sono caratterizzati dalla peculiare proprietà della caseina di lasciarsi filare in opportune condizioni di acidità e temperatura; la filatura avviene quando la cagliata ha eliminato parte del calcio combinato; umidità elevata	MOZZARELLA DI BUFALA, FIOR DI LATTE, SCAMORZA, PROVOLA
Formaggi a Pasta Filata Dura	Sono caratterizzati dalla peculiare proprietà della caseina di lasciarsi 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	CACIOCAVALLO, PROVOLONE
Formaggi Freschi	Di consumo immediato, prodotto con alto tenore in acqua, estratto secco 30% e meno, coagulazione molto lenta	MASCARPONE, RICOTTA, TOMINO FRESCO, ROBIOLA FRESCA, CACIOTTE FRESCHE
Formaggi Fusi	Si ottengono solitamente dal formaggio di scarto, rilavorando con il concorso della temperatura e con l'aggiunta di un fondente adeguato ed altri componenti	FORMAGGINI, SOTTILETTE

Cottura	Maturazione	Consistenza	Tipologie
A Bassa Temperatura	Rapida	MOLLI	CRESCENZA
		SEMISOFFICI	FETA

o Crudi	Media	MOLLI	GORGONZOLA
		SEMISOFFICI	BRIE
A Media Temperatura 35°C 48°C	Rapida	MOLLI	MOZZARELLA
		SEMISOFFICI	HAVARTI
	Media	SEMISOFFICI	EDAM
		SEMIDURI	CHEDDAR
	Lenta	SEMIDURI	PROVOLONE
		DURI	P. ROMANO
Ad Alta Temperatura > 48°C	Rapida	MOLLI	COTTAGE
	Media	SEMIDURI	EMMENTAL
		DURI	SBRINZ

TIPOLOGIA FORMAGGIO	% UMIDITÀ 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 e 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:

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

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
- Solfocianuro 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 raccoglie 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 solfocianuro 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

Determinazione del grasso

La determinazione della sostanza grassa del formaggio viene eseguita utilizzando l'estrattore Soxhlet 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 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	pH
<i>Grana Stravecchio</i>	29	2	6,5
<i>Parmigiano Reggiano Biraghi</i>	25	2	6,4
<i>Pecorino</i>	35	4	6,4
<i>Grattugiato Mix Auchan</i>	28	2,1	6,5

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

Analisi dei succhi di agrumi



Determinazione dell'acido citrico

Metodo: Titolazione acido -base

Procedimento

Vengono prelevati 10 ml di succo che vengono diluiti con 100-150 ml di acqua distillata. Si titola con NaOH 0,1N, utilizzando come indicatore la fenolfataleina.

Determinazione dell'acido ascorbico

Metodo: Titolazione iodimetrica

L'acido ascorbico è un buon riducente e pertanto può essere ossidato dallo iodio ad acido deidroascorbico.

Procedimento

Vengono pipettati 20 ml di succo in una beuta da 250 ml, si diluiscono con 100-150 ml di acqua distillata e si aggiunge 1 ml di salda d'amido.

Si titola con I₂ 0,01 N fino a comparsa della colorazione blu

Risultati ottenuti:

	Acido citrico g/100 ml	Acido ascorbico mg/100 ml
Limoni	17	45
Arance		50
Mandarini	4	40
Mandaranci	5	38

Nel succo d'arancia non è possibile effettuare la titolazione acido – base utilizzando come indicatore la fenolfataleina in quanto non è possibile apprezzare il punto di viraggio. La determinazione dell'acidità viene eseguita mediante una titolazione potenziometrica.

Analisi del vino

Determinazione del grado alcolico

Metodo Ebulliometrico con l'apparecchio di Malligand

Procedimento: Prima di eseguire la determinazione della gradazione alcolica occorre regolare l'apparecchio allo zero(fig.1)

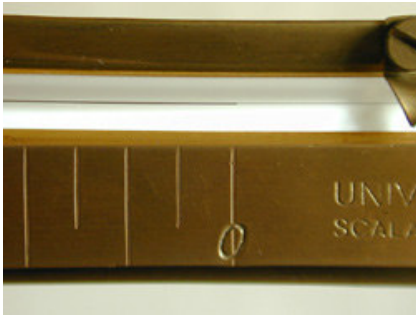


fig.1

Per far ciò si riempie 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.



fig.2



fig.3

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

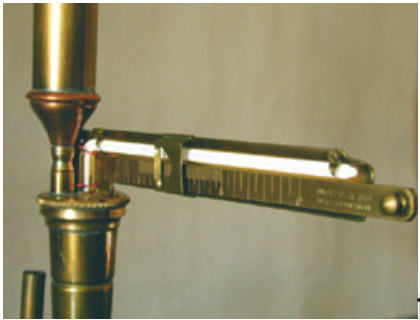


fig.4

Con il punto estremo raggiunto dal mercurio si fa 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 riempie fino al rilievo 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)

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-etero 1:2;

fenolftaleina;

NaOH 0,1N

PROCEDIMENTO:

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

CALCOLO:

$\text{equ. base} = (N \times V) : 1000$

$\text{g acido oleico} = \text{equ. base} \times 282$

$\text{ACIDITA' TOTALE PERCENTUALE} = (\text{g acido oleico} : P) \times 100$

dove:

N= normalità 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 sovrarmature, 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	<20
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 previsto	Peso della sostanza da 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:

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

dove: V = è il numero di ml della soluzione standardizzata di tiosolfato di sodio usata

N = è la normalità esatta della soluzione di tiosolfato di sodio (6.4) usata.

m = è 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 formati 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	<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 l'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 l'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 :

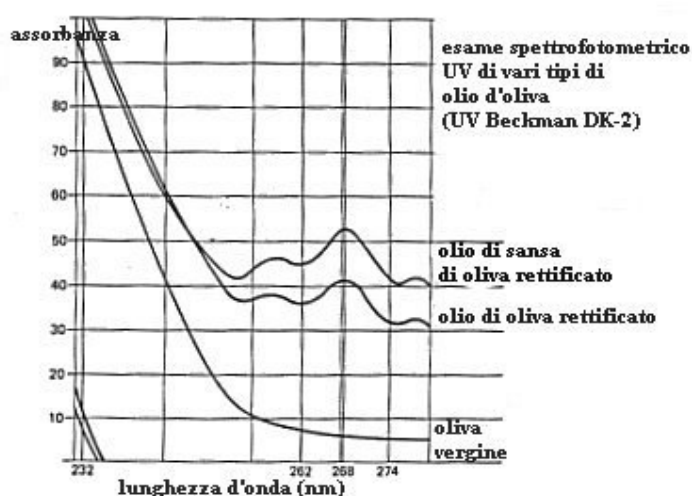
$$K_{268} = A (1\text{cm}/1\%(268\text{nm})) = A_{268}/c * s$$

dove A₂₆₈ è il valore dell'assorbanza a 268 nm 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'isooctano, 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 isooctano 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 222, 262, 268 e 274 nm. 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'assorbimento a 268 nm, corrispondente al massimo, e quelli a 262 ed a 274 nm, corrispondenti ai due minimi. Questa altezza, indicata come DK, si ricava dall'espressione:

$$DK = K_{268} - (K_{262} + K_{274}) / 2$$

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 nm (zona dei dieni), a 262, a 268 e 274 nm (zona dei trieni), e si calcolano i valori di K mediante l'espressione:

$$K_l = A_l / c \cdot s$$

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
<i>Pantaleo</i>	0,4 %	14
<i>Produzione propria (olio vecchio di 4 anni)</i>	7,8%	22

Cromatografia su strato sottile

Separazione del licopene, xantofilla e β carotene

Metodo

A) Carota e concentrato di pomodoro

- 1) Si pongono circa 3 g di carota tritata e 2 g di concentrato di pomodoro in becher di 100 ml e si estraggono mescolando con bacchetta di vetro tre volte per complessivi 10 ml di esano e qualche spatolata di solfato di sodio anidro per trattenere l'acqua.
- 2) Si decantano le soluzioni colorate e limpide in un secondo becher asciutto e si concentrano con piastra elettrica sottocappa a circa 0,5 ml.
- 3) Si ritaglia la lastrina (3 x 7 cm) e mediante capillare si dispongono due macchie separate. Lasciare asciugare le macchie
- 4) Si inserisce nella camera cromatografia, contenente 0,5 cm di strato di sviluppo. La miscela di sviluppo è costituita da 3 ml di CH_2Cl_2 e 10 ml di esano.
- 5) Si calcolano gli R_f delle macchie:
licopene $R_f = 0,4$
xantofilla $R_f = 0,5$
 β carotene $R_f = 0,6$

B) Buccia d'arancia

Circa 5 g di buccia d'arancia (solo la parte gialla) tritata sono estratti con le stesse modalità dell'esperimento A.

Si confrontano gli R_f

C) Foglie di spinaci

In questo esperimento si separano le clorofille dai carotenoidi.

Circa tre grammi di spinaci sono triturati ed estratti con le stesse modalità dell'esperimento A.

Cambia il solvente di sviluppo: la miscela è costituita da : cicloesano, acetone, etere etilico.

Sono evidenti le macchie gialle della xantofilla e del β carotene e le due macchie verdi della clorofilla a e clorofilla b.

Potenziometria

Curve di titolazione

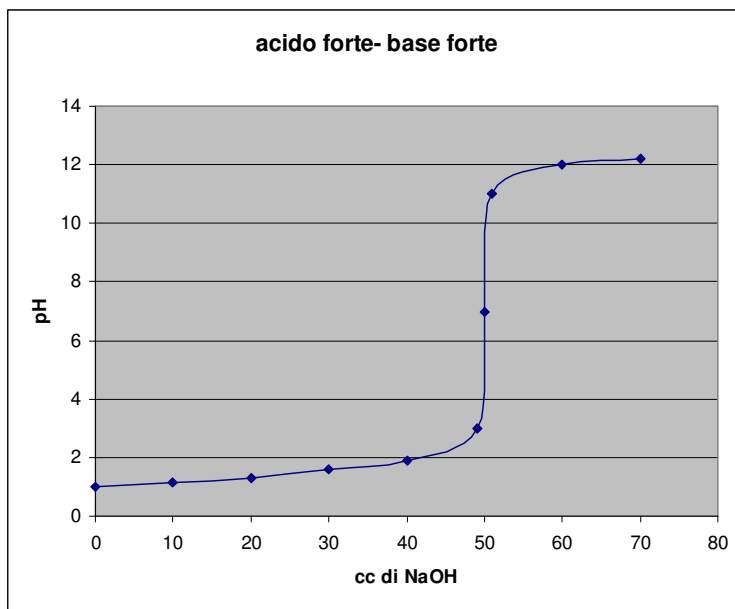
1) Curva di titolazione acido forte – base forte

Metodo

A 50 ml di HCl 0,1 M vengono aggiunte aliquote di NaOH 0,1M.
Si misura il pH dopo ogni aggiunta di NaOH utilizzando un pHmetro

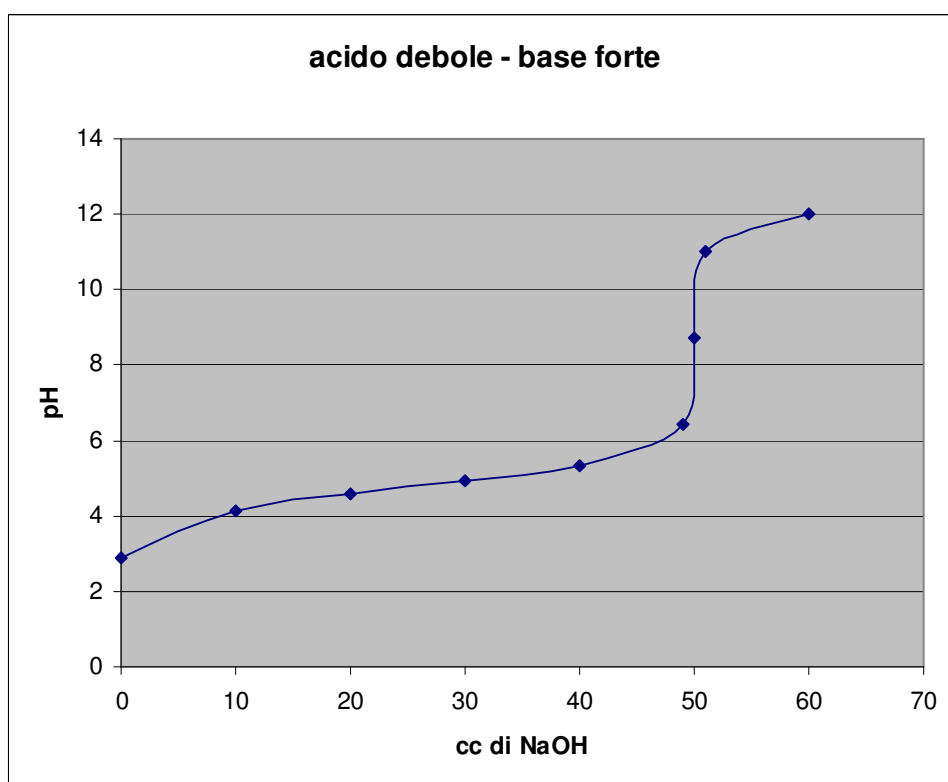
Vengono riportati i valori di pH per ogni aggiunta di NaOH in una tabella e quindi in un grafico

ml NaOH	pH
0	1
10	1,17
20	1,3
30	1,6
40	1,9
49	3
50	7
51	11
60	12
70	12,2



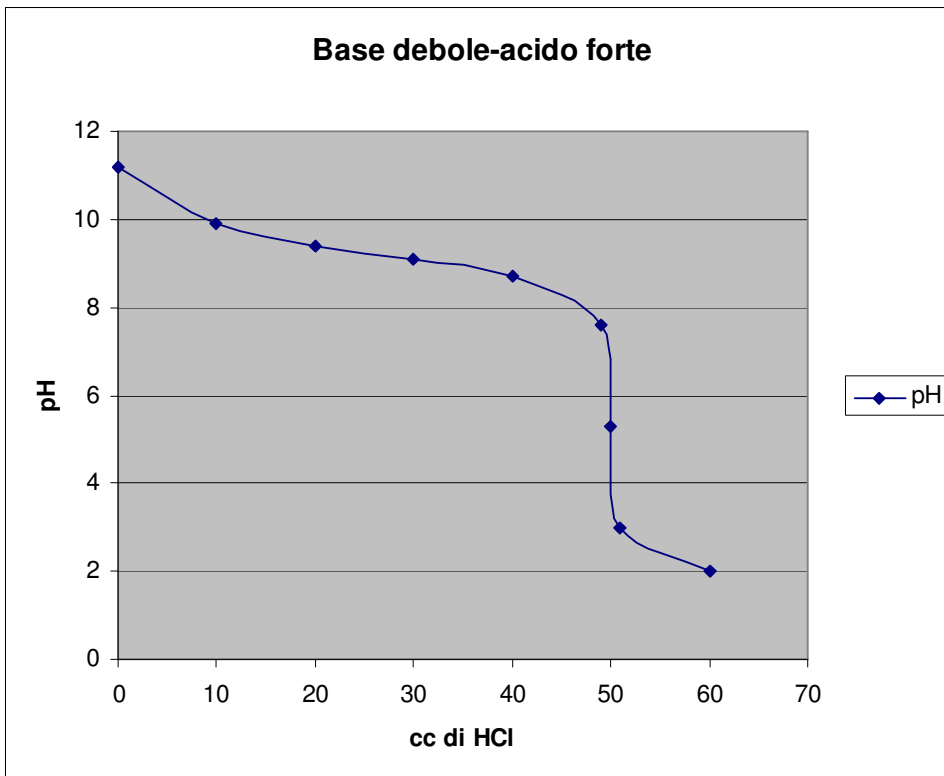
2) Curva di titolazione acido debole- base forte

ml NaOH	pH
0	2,87
10	4,14
20	4,57
30	4,92
40	5,34
49	6,43
50	8,72
51	11
60	12



3) Curva di titolazione base debole- acido forte

ml di HCl	pH
0	11,2
10	9,9
20	9,4
30	9,1
40	8,7
49	7,6
50	5,3
51	3
60	2,02



Determinazione dell'acido fosforico nella Coca Cola con il metodo potenziometrico

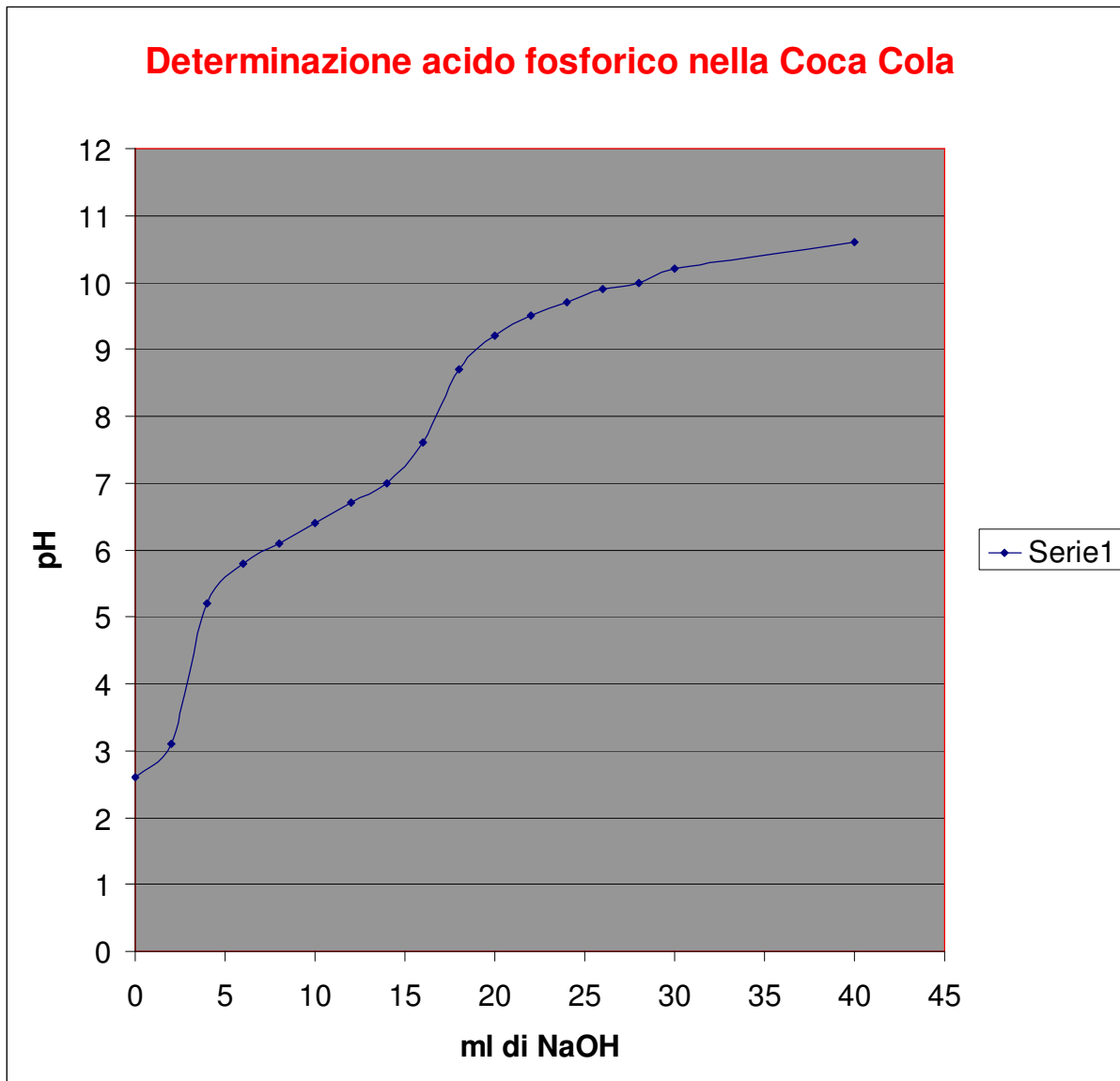
Metodo

A 50 ml di Coca Cola , dopo aver scacciato la CO₂, vengono aggiunte aliquote di 2 ml di NaOH 0,1M.

Viene registrato il valore di pH per ogni aggiunta di NaOH ed i valori vengono riportati in una tabella e successivamente in un grafico.

Dal grafico sono evidenti i due punti di flesso; il primo punto di flesso corrisponde alla formazione del fosfato monosodico ed il secondo alla formazione del fosfato bisodico.

ml NaOH	pH
0	2,6
2	3,1
4	5,2
6	5,8
8	6,1
10	6,4
12	6,7
14	7
16	7,6
18	8,7
20	9,2
22	9,5
24	9,7
26	9,9
28	10
30	10,2
40	10,6



Calcoli

$$V_{\text{NaOH}} = 16 \text{ ml}$$

$$\text{equ H}_3\text{PO}_4 = (16 \times 0,1) / 1000 = 0,0016$$

$$g = \text{equ} \times \text{P.E} = 0,0016 \times 98/2 = 0,0784 \text{ g/50 ml}$$

$$0,0784 : 50 = x : 1000$$

$$x = 1,56 \text{ g / l}$$

Verifica della capacità tamponante di una soluzione con il metodo potenziometrico

Metodo

- Vengono preparate due soluzioni di acido acetico 0,5 M e acetato di sodio 0,5M.
- In un becher da 50 ml vengono posti 12,5 ml di acido acetico 0,5 M e 12,5 ml di acetato di sodio 0,5 M.
- Mediante il pHmetro si misura il pH.
- Vengono quindi aggiunte aliquote da 0,1 ml di NaOH 1 M e si registra il pH dopo ogni aggiunta.

ml di NaOH 1M aggiunti al sistema tampone	pH
0	4,9
0,1	5
0,2	5
0,3	5,1
0,4	5,1
0,5	5,1
0,6	5,1
0,7	5,1
0,8	5,1
0,9	5,1
1	5,1

Interpretazione dei risultati

Il sistema tampone è un sistema che per aggiunta di una base o di un acido non fa variare il pH