



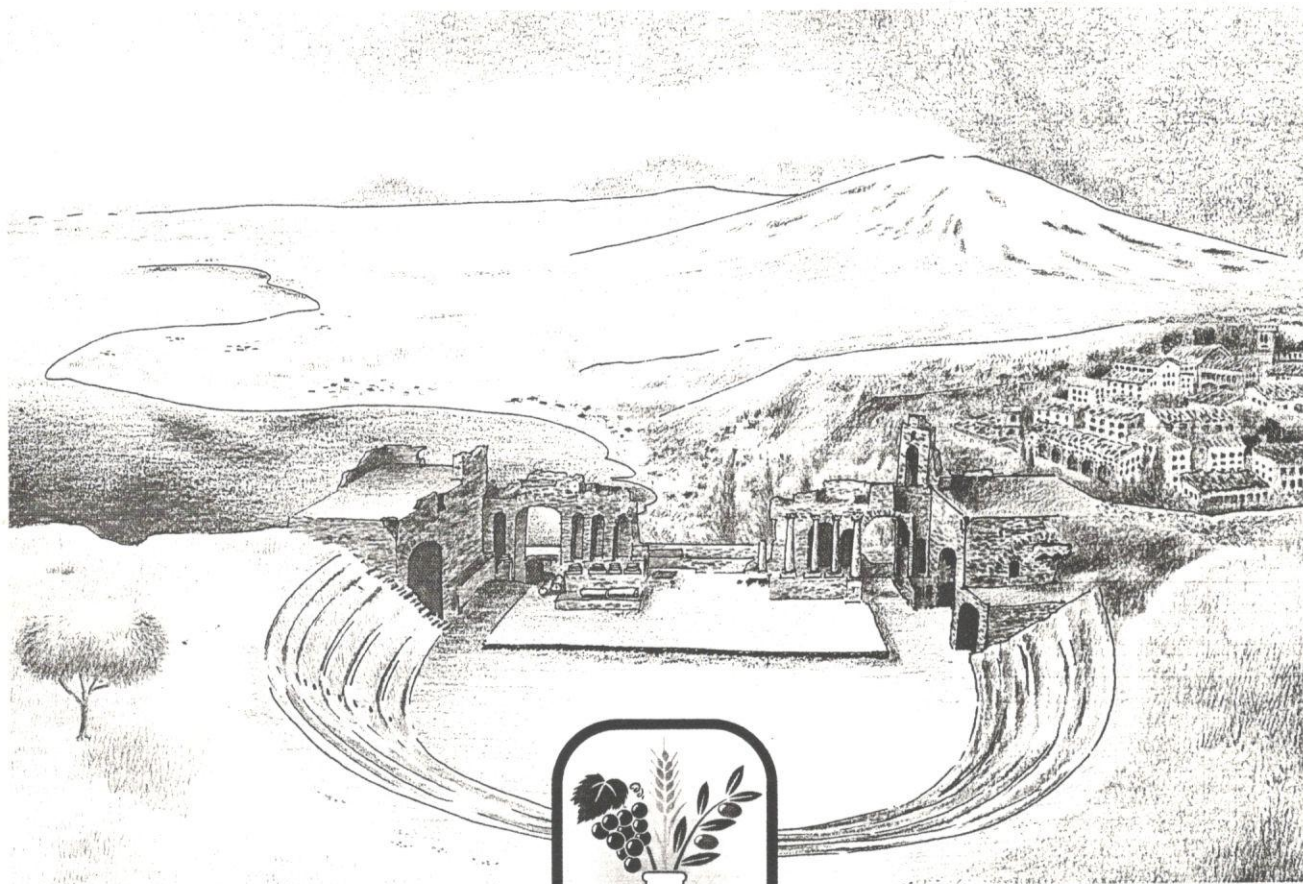
SOCIETÀ CHIMICA ITALIANA

GRUPPO DI CHIMICA DEGLI ALIMENTI

ATTI DEL 2^o CONGRESSO NAZIONALE
DI
CHIMICA DEGLI ALIMENTI

a cura di
GIOVANNI DUGO e ANTONELLA COTRONEO

VOLUME II - COMUNICAZIONI
PARTE I



GIARDINI NAXOS - 24-27 MAGGIO 1995

DETERMINAZIONE RAPIDA DEL GRASSO NELLE FARINE E NELLE SEMOLE MEDIANTE TECNICHE STRUMENTALI

G. Nota*, S. Spagna Musso*, D. Naviglio*, R. Romano*, M. Di Matteo**

* - Dipartimento di Scienza degli Alimenti - Università degli Studi "Federico II" di Napoli

** - Dipartimento di Ingegneria Chimica Alimentare - Università degli Studi di Salerno

RAPID EVALUATION OF FAT CONTENT WHEAT FLOUR BY MEANS OF INSTRUMENTAL TECHNIQUES

A new analytical methodology which allows to determine fat content in wheat flour more rapidly than the actual available techniques has been developed.

Fat extraction is carried out letting 10 ml of 1,2,3trifluoretrichloroethane percolate, under pressure through an HPLC column of 5 cm perched with a known amount of semolina

The semolina granulometry influences in a remarkable manner the efficiency of the extraction. It results quantitative for particles having size <70 μ . Therefore semolina requires a preliminary milling stage which isn't necessary for the commercial flour as it already passes an adequate granulometry.

The amount of fats content of flour can be determined via IR spectrophotometry or by means of "light scattering" detector by using a calibration curve.

The proposed method results more convenient with respect of the gravimetric one since all the slow operative stages which compose it have been avoided (sample treatment with water, soxhlet extraction, heating to constant weight, etc.). The advantages remains also in the case of using a "light scattering" detector because, being the chromatographic column not inserted between the injector and detector, the measurement is as faster as a spectrophotometric one. In addition the results present a quite good reproducibility and they agree with those provided by the gravimetric procedure, via soxhlet, as reference considered.

KEY WORDS: Flour; Fat, I.R., Light scattering

PAROLE CHIAVE: Farine, Grasso, I.R., Light scattering

INTRODUZIONE

La determinazione della sostanza grassa nelle farine e nelle semole rappresenta un importante parametro per la valutazione della qualità degli sfarinati. Attualmente il metodo più utilizzato dai laboratori di controllo è quello riportato dall'AOAC (1).

Tale metodo prevede il trattamento del campione con acqua per allontanare il materiale interferente di natura non lipidica, l'essiccazione del residuo, l'estrazione, per sei ore in soxhlet, con etere etilico o di petrolio e, dopo l'allontanamento del solvente, la determinazione gravimetrica del grasso estratto.

La metodica, così come configurata, non consente un'acquisizione rapida del risultato.

Il metodo, di tipo cromatografico, proposto nel presente lavoro prevede l'estrazione del grasso mediante un opportuno solvente che, sotto pressione, percola attraverso lo sfarinato impaccato in una colonna per HPLC.

Con questa procedura il recupero della sostanza grassa è quantitativo e rapido in quanto, essendo evitate le fasi lente previste dalla metodica convenzionale, richiede un tempo massimo di 15 minuti. L'eluato viene poi analizzato spettrofotometricamente all'I.R. o, in alternativa, mediante il rivelatore per HPLC a "light scattering". Comunque, in mancanza di un'adeguata strumentazione, il grasso estratto può essere determinato per pesata.

Estrazione delle sostanza grassa

L'estrazione della sostanza grassa mediante soxhlet risulta quantitativa solo se il campione viene sottoposto ad almeno 50 cicli nell'arco di 6-8 ore (2). Quando 2 g di sfarinato, con densità di 0,7 g/ml, vengono impaccati in una colonna per HPLC, lunga 25 cm, con d.i. di 4,6 mm presentano un volume interstiziale di 1,3 ml e sono sufficienti 15 ml di solvente per estrarre quantitativamente il grasso da questo sistema in 15 min, cioè bastano solo 11 cicli.

Nel sistema cromatografico si verifica un impiego più efficiente del solvente in quanto esso è costretto ad un contatto più intimo con lo sfarinato e l'estrazione avviene non solo per diffusione ma anche per trascinamento.

Al fine di verificare il comportamento generale degli sfarinati sono stati analizzate le più comuni marche di farine e di semole reperibili in commercio.

I risultati ottenuti con la metodica proposta, relativi ad un campione di farina ed uno di semola sottoposti ad estrazione in triplo in soxhlet, sistema preso come riferimento, mediante la procedura cromatografica usando, come solvente, etere etilico ed analizzati gravimetricamente, mostrano non solo un'ottima riproducibilità ma anche un eccellente accordo con i risultati relativi all'estrazione in soxhlet.

Nella procedura cromatografica, oltre l'etere etilico, è stato testato anche l'1,1,2-triclorotrifluoroetano in quanto siamo interessati ad eluire con solventi privi di idrogeno; a temperatura ambiente questo solvente presenta un rendimento d'estrazione di circa il 60% rispetto all'etere; abbiamo allora testato l'influenza della temperatura sul recupero della materia grassa mediante solvente alogenato.

I valori dei recuperi ottenuti in un intervallo di temperatura compreso tra 20 e 40°C, relativi ad un campione di farina ed uno di semola indicano che l'eluizione del grasso è quantitativa già a 35°C.

L'esperienza e la teoria alla base del principio cromatografico ci hanno indotti a verificare l'efficienza del recupero del grasso al variare delle dimensioni delle particelle di sfarinato allo scopo di minimizzare i tempi di estrazione ed i volumi di solvente.

Si è iniziata la sperimentazione con particelle da 0,3 mm, che rappresenta la taglia maggiormente impiegata; successivamente è stato utilizzato materiale con diametri di particelle via via minori fino a 0,035 mm.

Questi campioni sono stati analizzati gravimetricamente, in parallelo, via soxhlet e mediante procedura cromatografica. I risultati ottenuti, non solo mostrano un ottimo accordo tra le misure ottenute con le due procedure, ma, soprattutto, mostrano che al diminuire del diametro delle particelle cresce il % di grasso estratto, fino ad arrivare ad un valore costante per campioni con particelle di 0,071 mm.

La determinazione del grasso nelle farine non richiede un particolare trattamento di macinazione in quanto le farine del commercio presentano già un'adatta granulometria; per contro le semole devono essere opportunamente macinate prima di essere sottoposte ad analisi. Il solvente impiegato per l'estrazione non riesce a diffondere in profondità al granulo, pertanto il recupero diventa tanto maggiore quanto più è piccolo il granulo; in altre parole lo sviluppo superficiale del campione gioca un ruolo determinante.

Per le farine i dati sono in accordo con quelli riportati in letteratura (2) mentre per le semole la corrispondenza sussiste per granuli delle dimensioni di circa 0,3 mm, ma si ottengono valori circa doppi quando si estraggono semole amminutate fino a 0,071 mm, nel qual caso i tenori in grasso sono superiori a quelli delle farine contrariamente a quanto riportato in letteratura.

Determinazione del grasso

La tecnica proposta consente un recupero rapido del grasso; il tempo necessario è di circa 15 min; dopo la fase di estrazione, la determinazione quantitativa può essere effettuata gravimetricamente, come previsto dalla tecnica convenzionale. Questo stadio lento e noioso può essere eliminato se si dispone di uno spettrofotometro I.R.

Siamo stati indotti a tentare la via spettrofotometrica all'infrarosso in quanto questa tecnica è relativamente aspecifica e, inoltre, perchè i gascromatogrammi relativi a numerosi grassi estratti da semole e da farine sono risultati qualitativamente identici. Soluzioni a titolo noto, compreso tra 100 e 400 mg/l, sono state preparate con grasso estratto da due farine e due semole in 1,1,2-triclorotrifluoroetano; le assorbanze di queste soluzioni, normalizzate ad 1 g/l di grasso, misurate a 2925 cm^{-1} , indicano che tutti i grassi hanno la stessa assorbanza nelle nostre condizioni sperimentali e che la legge di Beer è rispettata, almeno, fino ad una concentrazione di 400 mg/l; una sola curva di taratura è sufficiente sia per le farine che per le semole; 200 mg di sfarinato di opportuna granulometria, estratti con 1,1,2-triclorotrifluoroetano tra 35 e 40°C, forniscono una soluzione con una concentrazione di grasso che cade nel tratto lineare della curva di taratura.

Dai risultati ottenuti dall'analisi in triplo di due campioni di semola e due di farina si è rilevato che lo scarto massimo in %, rispetto alla media, è minore dell'1,36% sia per la farina che per la semola. Misure spettrofotometriche effettuate nell'U.V. hanno dimostrato che grassi provenienti da farine e semole diverse hanno un comportamento nettamente differente e, pertanto, non adatto per misure quantitative.

Il principio di funzionamento e la disponibilità del rivelatore per HPLC a "light scattering" ci hanno indotto a verificare la possibilità di impiegare questo dispositivo per il dosaggio del grasso come alternativa alla procedura spettrofotometrica.

La valvola campionatrice di un apparecchio per HPLC viene collegata direttamente al rivelatore tramite un capillare; quest'ultimo viene alimentato con lo stesso solvente (etere etilico) usato per l'estrazione del grasso. In queste condizioni la soluzione da analizzare viene iniettata 5 volte per migliorare l'accuratezza della misura; questa procedura non allunga il tempo di analisi in quanto, in mancanza della colonna cromatografica tra iniettore e rivelatore, la misura è veloce quasi quanto una misura spettrofotometrica. Per larghi intervalli di concentrazione la risposta del rivelatore "light scattering" è di tipo esponenziale; lavorando in un intervallo di concentrazione molto ristretto, come nel nostro caso, l'andamento può essere considerato lineare.

I risultati relativi a due campioni di farina e due di semola analizzati in triplo indicano che lo scarto massimo in %, rispetto alla media, è minore dell'1,36% sia per la semola che per la farina. Questa procedura presenta come vantaggio rispetto alla tecnica I.R. un recupero quantitativo della materia grassa a temperatura ambiente in quanto prevede l'impiego dell'etere etilico come solvente.

CONCLUSIONI

La procedura cromatografica per l'estrazione del grasso, richiedendo appena 15 minuti, risulta più rapida e conveniente della procedura via soxhlet. La disponibilità di uno spettrofotometro I.R. o di un rivelatore a light scattering consente di eliminare la lunga e tediosa procedura gravimetrica prevista dalla metodica convenzionale.

Il recupero della materia grassa risulta quantitativo solo per dimensioni delle particelle non superiori a 0,07 mm per cui le farine possono essere analizzate direttamente mentre per le semole è richiesta una idonea macinazione preliminare.

I risultati ottenuti con la metodica proposta sono in ottimo accordo con la procedura gravimetrica, via soxhlet, presa come riferimento.

Prove effettuate su campioni a granulometria < 0,07 mm sia con estrazione a mezzo soxhlet sia in colonna cromatografica hanno fornito, per le farine, tenori in grasso in linea con quelli della letteratura (2) mentre, per le semole, si sono ottenuti valori nettamente più alti.

BIBLIOGRAFIA

- 1 - A.O.A.C.: Official methods of analysis of AOAC international. 16th Edition, Arlington, Virginia, 1995
- 2 - MARINI D., BALESTRIERI F.: Analisi chimica dei prodotti alimentari. Athena Pr., Milano, 1990