

Project work

Analisi dell'olio camuno

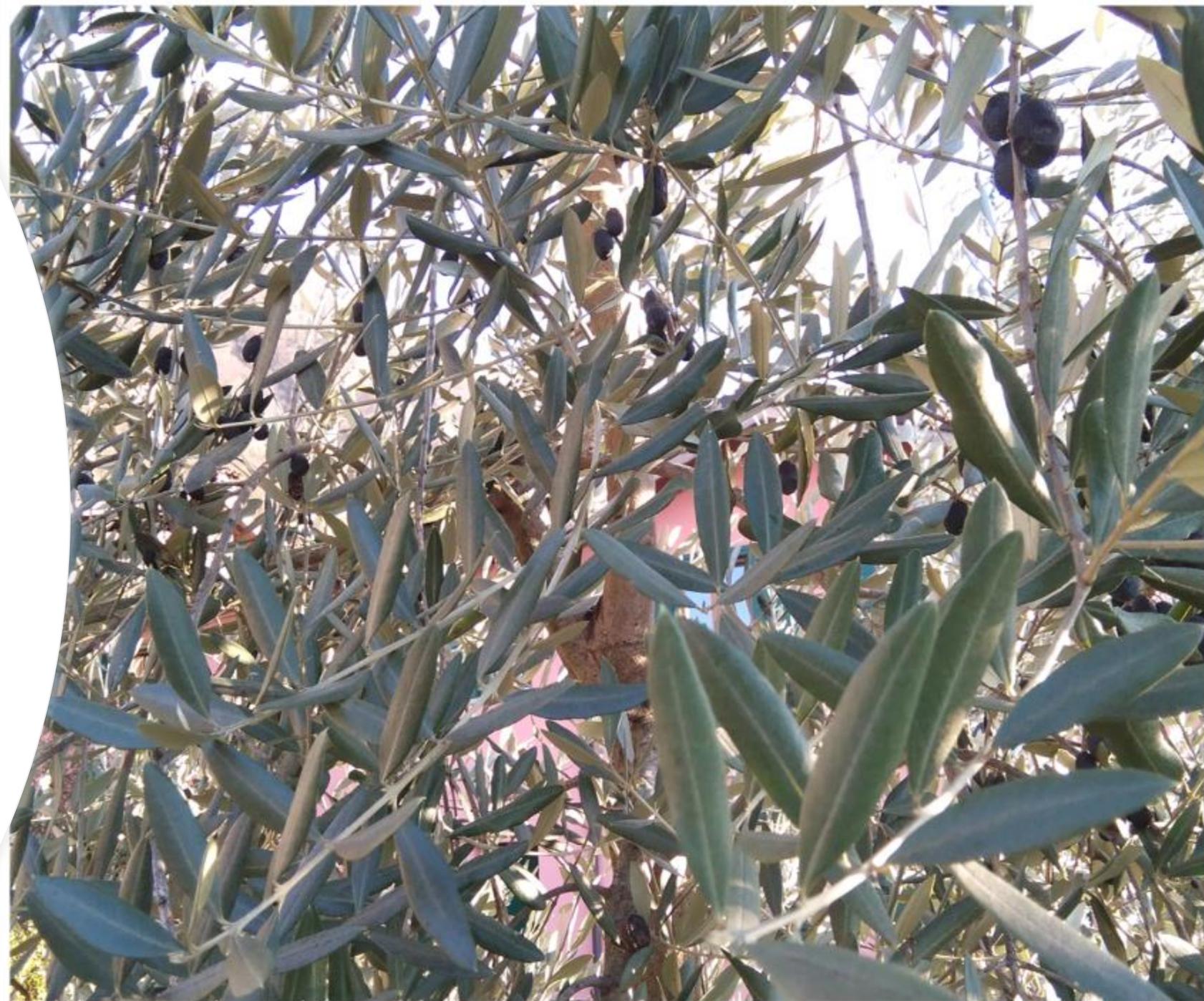
IIS Tassara Ghislandi
e
Comunità Montana
della Valle Camonica

Corso chimica dei materiali e

Biotechnologie - articolazione
biotechnologie ambientali

Anno scolastico: 2021/2022

4A BIA





Finalità del Progetto di Lavoro

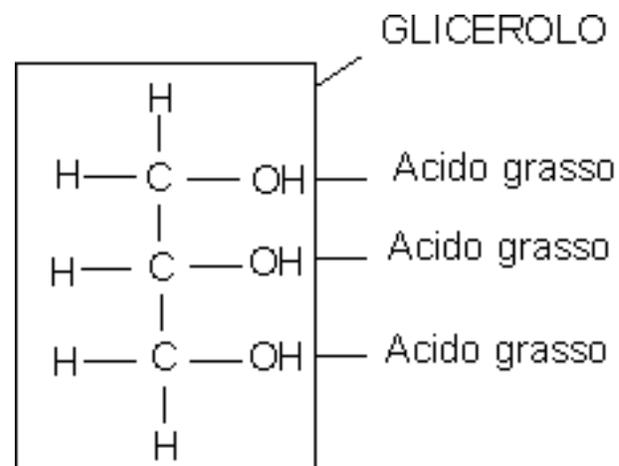
- Il progetto di lavoro realizzato in collaborazione con la Comunità Montana di Vallecamonica per le competenze e le abilità richieste si inserisce efficacemente nei percorsi di chimica organica, chimica analitica e microbiologia, previsti nel quarto anno del corso di Biotecnologie ambientali.
- Il lavoro mette in relazione le conoscenze acquisite nei diversi ambiti delle discipline caratterizzanti il corso di studi, concretizzando quanto appreso in teoria nelle attività laboratoriali e consente il consolidamento delle stesse in una visione trasversale rispetto al sapere fornite nei diversi ambiti scientifici.
- La Conoscenza del territorio, delle sue potenzialità e delle funzioni della Comunità Montana sul territorio della Valle Camonica concorrono a sviluppare le competenze legate alla formazione di cittadini in grado di interagire con il territorio stesso.
- La produzione di documenti condivisi tra gli studenti e i docenti ,attraverso la piattaforma d'istituto, con l'intento di migliorare e potenziare le competenze digitali.
- Le finalità specifiche del progetto prevedono la determinazione di alcuni parametri, la % di acido oleico libero, il numero di perossidi, lo spettro di assorbimento nel campo dell'UV dei diversi campioni forniti dalla Comunità Montana e confronto con i dati limite previsti dalla legislazione italiana per la classificazione dell'olio sotto la denominazione di olio extra vergine di oliva. Il lavoro viene arricchito con lo studio delle patologie più frequenti che colpiscono la pianta e li frutto e dello Schema di funzionamento di un frantoio per spremitura a freddo.

Campioni sottoposti ad analisi: i campioni sono stati forniti da produttori locali a questi sono stati affiancati alcuni campioni derivanti dalle medesime produzioni locali degli anni precedenti e da alcuni oli commerciali

numero	ID campione
1	olio annata 2021 P P - Braone
2	olio annata 2021 S - G -Berzo Inferiore
3	olio annata 2021 A - P - Malegno
4	cooperativa S – O - Pian Borno annata 2021
5	olio oliva commerciale extravergine 2020
6	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2019
7	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2020
8	olio semi vari 2019
9	olio di girasole 2019
10	olio marone 2020
11	olio oliva commerciale 2019

Primo parametro: acidità libera dell'olio

- L'acidità è il parametro che qualifica la quantità di acidi grassi liberi presenti nell'olio e viene espressa in percentuale di acido oleico
- L'acidità è un dato variabile, infatti aumenta in modo esponenziale se le olive non sono perfettamente integre e in salute, se vengono conservate in modo non opportuno o se subiscono danni meccanici durante la spremitura.



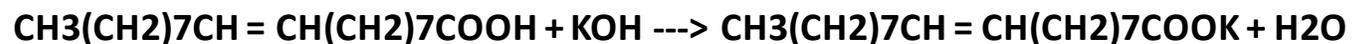
CLASSIFICAZIONE DEGLI OLI IN BASE ALL'ACIDITA'

OLIO	ACIDITA' MASSIMA
Extravergine di oliva	0,8%
Sansa di oliva	1%
Oliva vergine	2%
Oliva (miscela di oli)	2%
Oliva vergine lampante	>2%

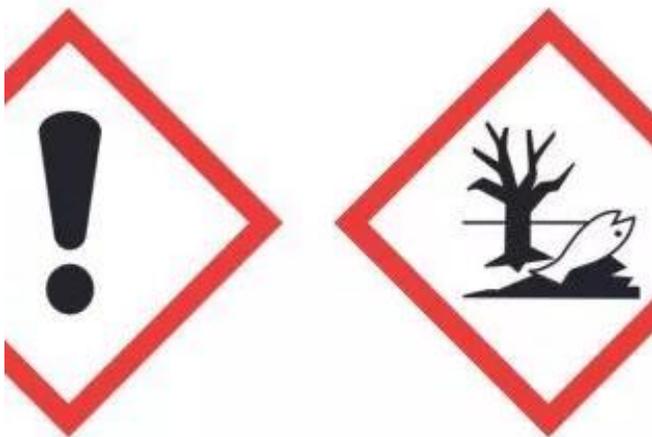


Metodo impiegato per la determinazione dell'acidità

- Il procedimento si basa su una titolazione acido – base, il titolante è rappresentato da una soluzione di **KOH 0,1 N** in presenza di fenolftaleina come indicatore. Per solubilizzare l'olio e permettere la successiva reazione acido – base, si utilizza una miscela formata da **alcol etilico** e **etere di petrolio** (1 +2) neutralizzata in presenza di fenolftaleina con alcune gocce di **KOH 0,1 N**.
- La reazione di neutralizzazione che avviene, riferita all'acido oleico può essere così schematizzata:



- **Reagenti:** soluzione di KOH (0,1N), fenolftaleina (indicatore), alcol etilico e etere di petrolio.
- **Strumenti e vetreria:** bilancia analitica, buretta da 25 ml con sensibilità di 0,05 ml, beuta con tappo a smeriglio
- **DPI:** camice, guanti, mascherina, occhiali protettivi.
- **Rischi:** per ogni reagente si osservano i pittogrammi di rischio e le frasi **H** e **P**.



Procedimento per la determinazione dell'acidità libera dell'olio

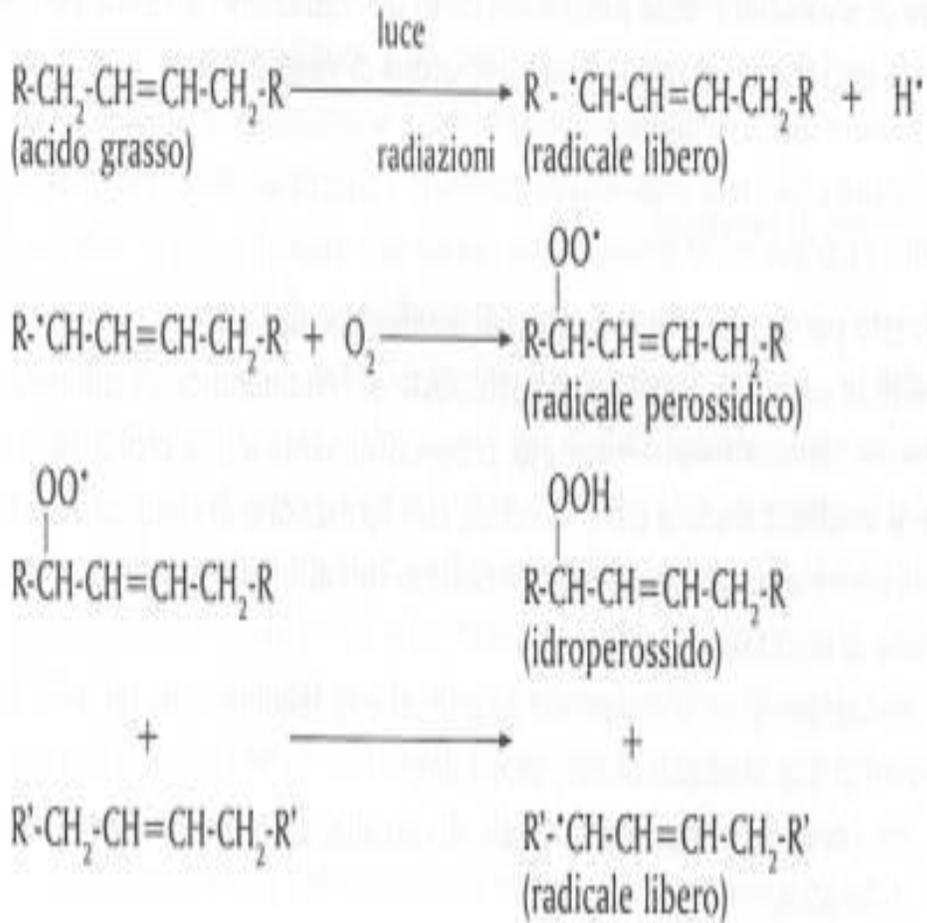
- Si pesa **10 g** di campione circa da sottoporre ad analisi in una beuta da 250 mL, si aggiungono **100 mL** di miscela alcol-etero neutralizzata in presenza di fenolftaleina
- Si agita la soluzione e si titola con la soluzione di KOH **0,1 N**, al viraggio dell'indicatore si arresta la titolazione. Si annota il volume di titolante impiegato e si eseguono altre 2 prove sul medesimo campione.
- La formula per il calcolo dell'acidità dell'olio espressa in % di acido oleico è la seguente:

% di acido oleico =

$(N \text{ KOH} * V \text{ ml KOH} * 282,47 \text{ g/mol acido oleico} * 100) / \text{massa campione analizzato in g}$



Secondo parametro: I Perossidi



La determinazione del numero dei perossidi in un olio è di particolare importanza perché un numero eccessivo indica un'alterazione di tipo ossidativo.

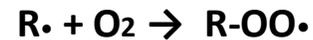
Gli acidi grassi insaturi contenuti in un olio danno luogo con il tempo al fenomeno dell'irrancidimento **ossidativo** che porta alla formazione di idroperossidi portando il grasso irrancidito ad acquistare un odore e un sapore sgradevoli, fino a diventare incommestibile.

Da un punto di vista chimico l'irrancidimento è una reazione spontanea dei grassi, ossia un'ossidazione dovuta ai radicali liberi degli acidi insaturi a contatto con l'ossigeno dell'aria:

il meccanismo di ossidazione dei grassi è quello classico di una reazione a catena che avviene attraverso un innesco ed una successiva reazione di propagazione. La reazione di innesco o iniziazione avviene con la formazione di un radicale libero ad opera della luce:



Successivamente la reazione di propagazione avviene attraverso la formazione di un radicale perossidico in seguito alla reazione tra il radicale libero e una molecola di ossigeno:



In seguito il radicale perossidico formatosi dà luogo alla formazione di un idroperossido e di un nuovo radicale libero:



Infine il radicale libero, in presenza di ossigeno, innescherà un'ulteriore reazione promuovendo un'ulteriore reazione a catena.

Metodo impiegato per la determinazione dei perossidi

La determinazione del numero di perossidi, espressi in meq di O_2/Kg , viene effettuata tramite una titolazione iodometrica ed esprime la concentrazione dei gruppi perossidici $-O-O-$ presenti.

- Tale determinazione coinvolge due reazioni di ossidoriduzione:
- 1) $R-O-O-R + 2 I^- + 2 H^+ \rightarrow 2 ROH + I_2$
- In tale reazione l'ossigeno presente nel perossido passa da numero di ossidazione -1 a numero di ossidazione -2 mentre lo iodio passa da -1 a zero.
- 2) $I_2 + 2 S_2O_3^{2-} \rightarrow 2 I^- + S_4O_6^{2-}$
- In cui lo iodio liberato dalla prima reazione viene determinato tramite titolazione con tiosolfato dando luogo a ioduro e tetrionato. Il punto finale della titolazione viene evidenziato usando come indicatore la salda d'amido che a contatto con I_2 dà una colorazione blu. La salda d'amido deve essere aggiunta in prossimità del punto finale ovvero quando la colorazione giallo-marrone dello iodio diventa appena visibile. L'aggiunta dell'indicatore viene fatta in prossimità del punto equivalente per evitare che una parte dello iodio rimanendo adsorbita si sottragga alla reazione. Al punto equivalente si ha il viraggio dal blu all'incolore.

Metodo impiegato per la determinazione dei perossidi

Come reagenti abbiamo utilizzato:

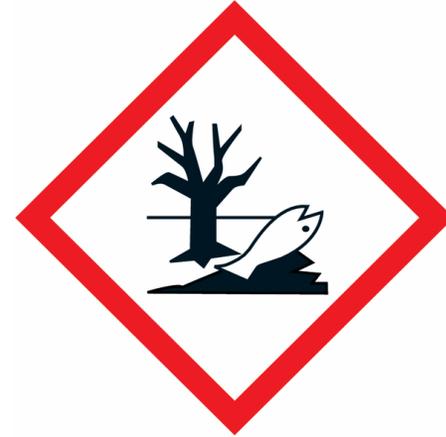
- ❑ l'esano, lo ioduro di potassio, l'acido acetico, la salda d'amido, e il tiosolfato di sodio.

Strumenti e vetreria

- Beuta con tappo a smeriglio
- Cilindro
- Buretta (*sensibilità: 0,05 ml e capacità: da 25 ml*)
- Bilancia analitica

Per ogni reagenti si osservano i pittogrammi di rischio e gli appositi DPI:

- Camice
- Guanti
- Mascherina
- Occhiali



Procedimento per la determinazione dei perossidi

- In una beuta con apposito tappo si pesano 2 g di olio, riportando il peso reale;
- Si aggiungono 10ml di esano;
- Si mescola;
- Dopo di che si aggiungono 15ml di CH₃COOH (acido acetico) e un cucchiaino raso di KI;
- Bisogna tappare e lasciare riposare in un luogo buio per 5 min;
- Poi con un cilindro si misurano 75ml di H₂O, da aggiungere in seguito nella beuta;
- Aggiunta l'acqua si utilizza il salda d'amido come indicatore;
- Si titola lo I₂ liberato aggiungendo da una buretta Na₂S₂O₃ 0,01N;
- La formula per il calcolo del dato finale è la seguente

$$\text{meq di O}_2 / \text{Kg} = (N (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 1000) / \text{massa olio}$$



Terza indagine Esame spettrofotometrico: nell'immagine è raffigurato lo spettrofotometro doppio raggio utilizzato per questa determinazione

Esame spettrofotometrico U.V.: dai valori di K232, k270 e Delta K si può distinguere un olio vergine da uno rettificato: gli oli, infatti, che hanno subito un trattamento di raffinazione hanno valori di K232, K270 e delta K elevati. Questi valori aumentano anche con il processo di ossidazione di un grasso: nel caso di un olio extravergine permettono, quindi, di valutarne lo stato di conservabilità.



procedimento esame spettrofotometrico

- **Preparazione del campione**

In un matraccio da 25 ml si pesano accuratamente 0.25 g di olio o si portano a volume con isoottano. La soluzione risultante deve essere perfettamente limpida. Qualora si riscontri opalescenza o torbidità si filtra rapidamente su carta.

- **Acquisizione dello spettro**

Si azzerava lo strumento con il solvente puro e si registra uno spettro UV da 200 – 340 nm. Con la soluzione dell'olio in iso-ottano si riempie una cuvetta e si misurano le estinzioni, usando come riferimento il solvente impiegato, alle lunghezze d'onda significative comprese fra 232 e 276 nm nel nostro caso abbiamo utilizzato: K232, K262, K268 e infine K274.



	RACCOLTA DATI project work A.S. 21/22							
n	ID campione	% acido oleico	perossidi meq di ossigeno per Kg di oilo	K 232	K262	K268	K274	delta K
1	olio annata 2021P - P - Braone	0,31%	11,7	1,967	0,225	0,22	0,212	-0,003
2	olio annata 2021 S - G - Berzo Inferiore	0,11%	10,26	1,509	0,19	0,165	0,147	-0,004
3	olio annata 2021 A - P - Malegno	0,15%	13,7	1,728	0,148	0,14	0,137	-0,003
4	cooperativa S - O -Pian Borno annata 2021	0,12%	13,7	1,984	0,208	0,205	0,196	-0,003
5	olio oliva commerciale extravergine2020	0,11%	7,4	2,675	0,86	0,903	0,801	0,0725
6	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2019	0,72%	31,66	3,276	0,326	0,304	0,279	0,0015
7	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana 2020	0,19%	23,8	2,519	0,162	0,155	0,15	-0,002
8	olio semi vari 2019	0,13%	25,9	3,769	1,968	1,803	1,768	-0,065
9	olio di girasole 2019	0,07%	27,7	3,778	2,27	2,523	0,2305	-0,211
10	olio marone 2020	0,15%	23.6	2,584	0,145	0,13	0,123	-0,004
11	olio oliva commerciale2019	0,10%	20	1,986	0,569	0,614	0,584	-0,0375

Commento dati raccolti parametro "acidità libera" il valore di riferimento per gli oli extravergini non deve superare il valore di 0,8%

Il valore dell'acidità libera espressa in % di acido oleico rientra nella norma in tutti i campioni analizzati, in particolare nei campioni prodotti nell'annata 2021 il valore è molto basso in tutti e quattro i campioni questo indica un buono stato di salute delle olive e di conservazione del prodotto, così come per il campione 5, 7, 10. Il campione n°6 presenta un valore di acidità libera superiore rispetto agli altri e questo si può spiegare riferendoci all'anno di produzione 2019 e quindi a processi di invecchiamento che portano anche all'idrolisi dei trigliceridi e quindi ad un aumento di acidità. Nel caso dei campioni n° 8,9,11 il valore di acidità libera risulta molto basso a seguito dei processi di raffinazione che oli di questo tipo subiscono nelle fasi della loro produzione.

n	ID campione	% acido oleico
1	olio annata 2021P - P -i Braone	0,31%
2	olio annata 2021 S - i G - Berzo Inferiore	0,11%
3	olio annata 2021 A – P - Malegno	0,15%
4	cooperativa S – O - Pian Borno annata 2021	0,12%
5	olio oliva commerciale extravergine 2020	0,11%
6	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2019	0,72%
7	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana 2020	0,19%
8	olio semi vari 2019	0,13%
9	olio di girasole 2019	0,07%
10	olio marone 2020	0,15%
11	olio oliva commerciale 2019	0,10%

Commento sui dati ottenuti rispetto al parametro " perossidi" il valore di riferimento per gli oli freschi e ben conservati non supera i 20 meq di ossigeno per Kg di olio

Il valore dei perossidi nei campioni 1,2,3,4 relativi all'olio prodotto nel 2021 sono paragonabili tra di loro e, rispetto al valore di riferimento, presentano valori molto bassi, questo indica un buono stato di salute delle olive

Nei campioni corrispondenti ad oli prodotti nell'annata 2019 e 2020 il valore aumenta notevolmente, in tutti i casi è superiore a 20, questo indica il procedere inevitabile del processo di irrancidimento dell'olio, rallentato solo da un adeguato metodo di conservazione

n	ID campione	perossidi meq di ossigeno per Kg di olio
1	olio annata 2021 P - P-Braone	11,7
2	olio annata 2021 S- G -Berzo Inferiore	10,26
3	olio annata 2021 A- P - Malegno	13,7
4	cooperativa S- O - Pian Borno annata 2021	13,7
5	olio oliva commerciale extravergine 2020	7,4
6	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2019	31,66
7	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana 2020	23,8
8	olio semi vari 2019	25,9
9	olio di girasole 2019	27,7
10	olio marone 2020	23,6
11	olio oliva commerciale 2019	20

Commento dati raccolti esame spettrofotometrico

valori di riferimento:

$A_{232} \leq 2,5$

$A_{268} \leq 0,22$

$\Delta K \leq 0,01$

Tutti gli oli esaminati rientrano nei dati standardizzati ad esclusione dei campioni datati 2019, che fuoriescono dai dati per via del processo di invecchiamento dell'olio.

n	ID campione	K 232	K262	K268	K274	delta K
1	olio annata 2021P - P - i Braone	1,967	0,225	0,22	0,212	-0,003
2	olio annata 2021 S-i G - Berzo Inferiore	1,509	0,19	0,165	0,147	-0,004
3	olio annata 2021 A - P - Malegno	1,728	0,148	0,14	0,137	-0,003
4	cooperativa S - O - Pian Borno annata 2021	1,984	0,208	0,205	0,196	-0,003
5	olio oliva commerciale extravergine 2020	2,675	0,86	0,903	0,801	0,0725
6	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana nel 2019	3,276	0,326	0,304	0,279	0,0015
7	campione contenente la miscela degli oli consegnati dalla comunità montana 2020	2,519	0,162	0,155	0,15	-0,002
8	olio semi vari 2019	3,769	1,968	1,803	1,768	-0,065
9	olio di girasole 2019	3,778	2,27	2,523	2,305	-0,211
10	olio marone 2020	2,584	0,145	0,13	0,123	-0,004
11	olio oliva commerciale 2019	1,986	0,569	0,614	0,584	-0,0375

Conclusioni

La valutazione complessiva dei dati ottenuti permette di stabilire la buona qualità dei campioni di olio forniti dalla Comunità Montana di annata 2021 in quanto tutti e tre i parametri determinati presentano valori nettamente inferiori rispetto ai limiti previsti dalla legislazione.

<https://eur-lex.europa.eu/legal-content/IT/TXT/PDF/?uri=CELEX:32019R1604>

I dati ottenuti sono in linea con i dati raccolti negli anni precedenti.

n	ID campione	% acido oleico	perossidi meq di ossigeno per Kg di olio	K 232	K262	K268	K274	delta K
1	olio annata 2021 P - P - Braone	0,31%	11,7	1,967	0,225	0,22	0,212	-0,003
2	olio annata 2021 S - G - Berzo Inferiore	0,11%	10,26	1,509	0,19	0,165	0,147	-0,004
3	olio annata 2021 A - P - Malegno	0,15%	13,7	1,728	0,148	0,14	0,137	-0,003
4	cooperativa S - O - Pian Borno annata 2021	0,12%	13,7	1,984	0,208	0,205	0,196	-0,003

Pianta di olivo

La pianta di ulivo della specie *Olea Europea* è l'unica della quale si utilizzano i frutti mentre, delle altre specie, se ne sfrutta il legno pesante e compatto. Non raggiunge dimensioni importanti, ha un fusto tozzo nodoso e dal colore grigio. Il fogliame è costituito da foglioline verdi da un lato e tendenti al grigio dall'altro, piccole, sempreverdi e dalla forma lanceolata. Le infiorescenze sono verdastre o bianche e crescono nelle ascelle delle foglie; i frutti sono raggruppati in drupe e sono chiamate olive. Quando essi arrivano a maturazione (tra ottobre e novembre) assumono una colorazione tendente al viola e sono impiegati per la produzione di olio. Per avere un prodotto molto aromatico, la raccolta delle olive deve avvenire quando esse non sono completamente mature.

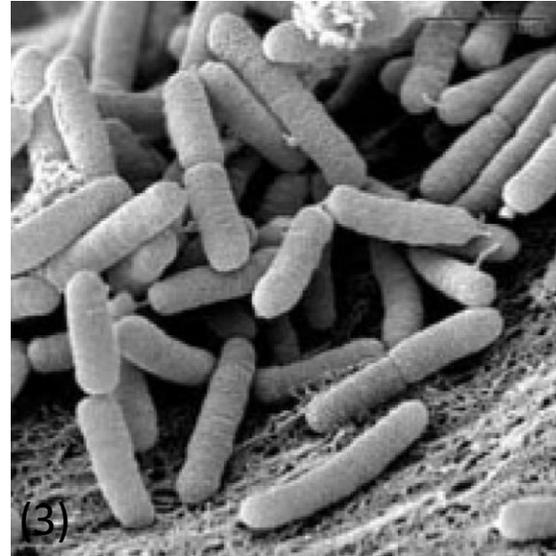


Problemi legati alla produzione di olio

La pianta di ulivo, se non si seguono regole precise circa la prevenzione, la potatura, l'annaffiatura, può andare incontro a malattie o essere attaccata da parassiti molto dannosi.

Malattie fungine:

- **Spilocaea oleaginea**-> provoca la malattia occhio di pavone o vaiolo;
- Diversi tipi di funghi determinano le carie del legno e la fumaggine;
- **Colletotrichum gloeosporioides**-> lebbra dell'olivo, provoca un'acidità del prodotto del 10-15% e la defogliazione della pianta;
- **Mycocentrospora cledosporoide**-> piombatura dell'olivo, provoca la cadute delle drupe;
- **Camarosporium dalmaticum** -> marciume delle olive, colpisce la parte interna del frutto;
- Marciume radicale provocato da *Verticillium* spp., *Rosellinia necatrix*, *Armillaria mellea*



Insetti parassiti:

- **Bractocera oleae**-> dittero mosca dell'olivo (1)
- **Lepidoptera: prays oleae** (2)

Batteri:

- **Xylella fastidiosa**-> complesso del disseccamento rapido dell'olivo (3)

funzionamento di un frantoio

Dalle olive all'olio extravergine, come funziona il frantoio. - YouTube

