

24. Fabio COTTA-RAMUSINO. — Metodo per dosare l'olio di vaselina nel caffè torrefatto.

Riassunto. — E' descritto un metodo per dosare l'olio di vaselina nel caffè torrefatto fondato sull'estrazione a freddo con etere di petrolio e sulla successiva purificazione dell'estratto per mezzo della cromatografia di adsorbimento su colonna di allumina.

Résumé. — On décrit une méthode pour le dosage de l'huile de vaseline dans les cafés grillés. La méthode est basée sur l'extraction à froid avec l'éther de pétrole et sur une successive purification de l'extract avec la chromatographie d'adsorption sur colonne d'alumine.

Summary. — A method for measuring vaseline oil in toasted coffee is described, which is based on the extraction with petroleum ether and on the subsequent purification of the extract by means of chromatographic adsorption on an aluminum oxide column.

Zusammenfassung. — Es wird eine Methode zur Bestimmung des im gerösteten Kaffee enthaltenen Vaselineöls beschrieben. Diese Methode beruht auf der kalten Extraktion mit Petroläther und der darauffolgenden Reinigung des Extraktes mittels chromatographischer Adsorption mit Hilfe einer Aluminiumoxidsäule.

I metodi attualmente in uso per dosare l'aggiunta di olio di vaselina al caffè torrefatto, consentita dalla vigente legislazione fino al 0,5%, sono fondati sulla estrazione a freddo con etere etilico o di petrolio e sulla purificazione del residuo così estratto, che contiene oltre all'olio di vaselina altre sostanze (resine, grassi, cere) presenti nel chicco. Questa purifica-

zione costituisce la fase più lunga e delicata del procedimento ed è stata oggetto di studio da parte di diversi ricercatori (¹, ²).

Si è fatto anche qualche tentativo per ottenere direttamente un residuo costituito soltanto da olio di vaselina; si è proposto cioè di dibattere i chicchi di caffè con una polvere (miscela di terra follonica e sabbia silicea), leggermente abrasiva ed adsorbente, che agendo in superficie, avrebbe dovuto asportare meccanicamente l'olio di vaselina; la polvere, separata dai chicchi, veniva estratta a freddo con etere di petrolio; il residuo dell'evaporazione avrebbe dovuto contenere tutto e soltanto l'olio di vaselina (³). Il metodo non si proponeva certo di raggiungere una grande esattezza; è infatti evidente che una agitazione prolungata avrebbe asportato particelle dei chicchi, specialmente da quelli non integri, mentre una agitazione insufficiente non avrebbe asportato tutto l'olio di vaselina. E' anche evidente la dipendenza dei risultati dalla quantità della polvere e dalla forma e grandezza delle particelle. Prove eseguite con sabbia quarzosa, che passava attraverso 525 maglie per cm², hanno portato ad un residuo scuro costituito da olio di vaselina fortemente impuro o ad una più o meno incompleta estrazione.

Non si può escludere che si possano trovare condizioni per ottenere risultati soddisfacenti, che però non sarebbero facilmente riproducibili.

Mi è sembrato che alla soluzione di questo problema analitico, che si presenta con frequenza nei laboratori addetti alla vigilanza sugli alimenti, potesse utilmente concorrere la proprietà degli idrocarburi saturi di non essere adsorbiti, a differenza dei grassi e delle cere, da una colonna di allumina. Le esperienze che qui si riassumono mostrano che l'applicazione di tale proprietà ha portato ad un procedimento analitico consigliabile per rapidità ed esattezza.

PARTE SPERIMENTALE

10 cm³ di etere di petrolio (p. eb. 40°-60°) contenenti g 0,125 di olio di vaselina si versano sopra una colonna di allumina sec. Brockmann, asciugata a 150° per 30 minuti, alta cm 18 e del diametro di cm. 1,5; si eluisce con 80 cm³ di etere di petrolio divisi in quattro porzioni da 20 cm³. Il primo eluato contiene g 0,005 di olio di vaselina, il secondo g 0,085 ed il terzo g 0.035; il quarto non ha lasciato residuo. In totale si è quindi ottenuto il 100% dell'olio di vaselina.

25 g di caffè torrefatto in laboratorio si portano in una beuta contenente g 0,125 di olio di vaselina; si agita a mano per qualche minuto per distribuire uniformemente l'olio sui chicchi e si lascia in riposo per 24 ore. L'estrazione si effettua a freddo, agitando a mano per qualche minuto con tre porzioni di etere di petrolio, ognuna di 50 cm³. Il residuo dei tre estratti eterici, di colore bruno scuro e del peso di g 0,577 viene disciolto in 10 cm³ di etere di petrolio che vengono fatti passare in una colonna di allumina uguale a quella precedentemente descritta. Si eluisce per tre volte con 30 cm³ di etere di petrolio per volta e gli eluati vengono evaporati separatamente. Nel primo eluato si è trovato un residuo incolore costituito da olio di vaselina puro, del peso di g 0,013; il secondo ed il terzo hanno dato rispettivamente g 0,109 e g 0,001 di olio di vaselina. Si sono ottenuti quindi g 0,123 cioè il 98,4% dell'olio di vaselina aggiunto. Le altre sostanze estratte dal caffè formano nella colonna quattro bande: due di colore bruno nella parte superiore e due incolori con fluorescenza azzurra nella parte centrale. Allo stesso modo sono stati trattati g 25 di caffè torrefatto ai quali non si è aggiunto olio di vaselina. Negli eluati si è avuto un residuo di g 0,001 circa (inferiore quindi al 0,005% del caffè).

La colonna di allumina trattiene non soltanto le sostanze estraibili a freddo con etere di petrolio dai chicchi di caffè integri ma anche tutte le altre estraibili a caldo dal caffè macinato: g 21,7 di caffè macinato sono stati estratti per 36 ore in Soxhlet con etere di petrolio; il residuo (g 2,65) è stato disciolto in 10 cm³ di etere di petrolio e cromatografato successivamente su due colonne preparate come quelle già descritte; l'eluato non ha lasciato residuo apprezzabile. E' stato necessario usare due colonne data la maggiore quantità di sostanza (g 2,65 invece di g 0,577). In linea di massima è sufficiente usare una quantità di allumina pari a 50 volte il peso della sostanza con un rapporto di 1 a 10 fra diametro ed altezza della colonna.

In definitiva si può adottare il seguente procedimento: g 25 di caffè in chicchi si portano in beuta con tappo smerigliato, della capacità di 500 cm³; si estrae per tre volte a freddo, agitando cautamente a mano per qualche minuto ed usando ogni volta cm³ 50 di etere di petrolio (p. eb. 40°-60°); si riuniscono i tre estratti, si filtra, si lava, si concentra a 10 cm³; si porta questa soluzione sopra una colonna preparata versando g 40 di allumina (sec. Brockmann) sospesa in etere di petrolio, in un tubo di vetro del diametro di cm 1,5, alto cm 30, munito di rubinetto e chiuso al fondo con un batuffolo di cotone. Si eluisce con 80 cm³ di etere di petrolio, si

evapora a bagno maria e si pesa il residuo, costituito dall'olio di vaselina presente nel caffè.

Ringrazio il prof. R. INTONTI per l'interesse con cui ha seguito questo lavoro.

Roma — Istituto Superiore di Sanità - Laboratorio di Chimica.

BIBLIOGRAFIA

- (¹) MAROTTA D. e ALESSANDRINI M. E. - Ann. Chim., 18: 37 (1928).
- (²) GAUTHIER E. A. - Ann. Chim., 18: 194 (1928).
- (³) ROUILLARD M. G. - Ann. Fals. Fraud., 44: 381 (1951).

Direttore responsabile: Prof. DOMENICO MAROTTA

Reg. Stampa - Trib. di Roma n. 1534 del 14 luglio 1956