

# Indice generale

Dedica	IX
Autrici e autori	X

## A Metodologie NMR

### Capitolo 1

#### Principi di base della risonanza magnetica nucleare (NMR) 2

Raffaele Lamanna, Luisa Mannina, Adele Mucci, Valeria Righi, Anatoly P. Sobolev

1.1 Introduzione	2
1.2 Proprietà dei nuclei: magnetismo e spin	2
Moto di precessione	3
<b>FOCUS 1.1</b> Effetto dei campi magnetici fluttuanti	4
1.3 Rilassamento NMR	5

### Capitolo 2

#### Spettroscopia NMR in soluzione 7

Raffaele Lamanna, Luisa Mannina, Adele Mucci, Valeria Righi, Anatoly P. Sobolev

2.1 Introduzione	7
2.2 Spettro NMR: chemical shift, integrali e costanti di accoppiamento	7
2.3 Sequenze di impulsi: esperimenti monodimensionali e bidimensionali	10
<b>FOCUS 2.1</b> Interazione dipolare	13
<b>FOCUS 2.2</b> Come si misura la diffusione	14
2.4 Confronto con banche dati	14
2.5 NMR in soluzione e alimenti	16
2.6 Spettrometro NMR	17

### Capitolo 3

#### Spettroscopia NMR quantitativa (qNMR) 19

Vito Gallo, Piero Mastroiilli, Biagia Musio

3.1 Introduzione	19
3.2 Aspetti teorici	19
3.3 Metodi di quantificazione	20
3.4 Buone procedure operative per un'analisi qNMR	21
Fattori strumentali	21
Fattori di acquisizione	22
Fattori di elaborazione del FID	23

### Capitolo 4

#### Spettroscopia SNIF NMR 24

Augusta Caligiani, Tullia Tedeschi

4.1 Introduzione	24
4.2 Principi di base	24
4.3 Come funziona la tecnica SNIF NMR	25
4.4 Applicazioni in campo alimentare	26
<b>FOCUS 4.1</b> Caratteristiche principali della tecnica NMR del deuterio ad abbondanza naturale	26

### Capitolo 5

#### Spettroscopia HRMAS NMR 28

Alessandra Ciampa, Raffaele Lamanna, Adele Mucci, Valeria Righi

5.1 Introduzione	28
5.2 Principi di base	28
<b>FOCUS 5.1</b> Tecnica CPMAS NMR	29
5.3 Strumentazione	29
5.4 Metodologie	30

### Capitolo 6

#### Rilassometria NMR 33

Donatella Capitani, Valeria Di Tullio, Raffaella Gianferri, Noemi Proietti

6.1 Introduzione	33
6.2 Spettrometro NMR nel dominio del tempo	33
6.3 Misura del tempo di rilassamento spin-reticolo o longitudinale $T_1$	34
Misura del tempo di rilassamento trasversale $T_2$	35
6.4 Rilassometro NMR portatile	37
6.5 Misura di $T_2$ in campo magnetico disomogeneo	39
6.6 Analisi dei dati rilassometrici	39
6.7 Rilassometria FFC NMR	40
<b>FOCUS 6.1</b> Rilassamento in alta risoluzione con trasformata di Fourier (analisi nel dominio delle frequenze)	41

**Capitolo 7****Risonanza magnetica per immagini (MRI) 42***Alessandra Ciampa, Pierluigi Mazzei, Alessandro Piccolo, Alberto Spisni*

- 7.1 Introduzione 42
- 7.2 Principi di funzionamento 43
- 7.3 Metodologie ed esperimenti MRI 45

**Capitolo 8****Visione olistica dell'alimentazione nell'era dei Big Data 48***Francesco Capozzi, Claudio Luchinat, Carlo Mengucci, Leonardo Tenori, Eleonora Urbinati*

- 8.1 Introduzione 48
- 8.2 Metabolomica 48
- 8.3 Foodomica 50
- 8.4 Banche dati e metodi di analisi dati 53
- FOCUS 8.1** Banche dati: glossario di alcuni termini comuni 53

- Complessità dell'analisi dei dati 54
- Armonizzazione di raccolta e deposito di dati e metadati sperimentali 55
- Armonizzazione dell'ontologia 56
- Cross-talking fra banche dati: le risorse esistenti 56

**Capitolo 9****Chemiometria 58***Nicola Cavallini, Federico Marini, Francesco Savorani*

- 9.1 Introduzione 58
- 9.2 Dati chimici: tipologie e organizzazione in una matrice numerica 59
- 9.3 Preprocessamento del dato 59
- 9.4 Analisi esplorativa 60
- 9.5 Calibrazione 61
- 9.6 Classificazione 62
- 9.7 Evoluzione ed espansione del settore 64

**B Applicazioni****Capitolo 10****Analisi dei macronutrienti: carboidrati, proteine e lipidi 66***Alessia Bellomaria, Fabio Bertocchi, Doris Cela, Walter Mandaliti, Ridvan Nepravishta, Maurizio Paci, Carlo Schillaci*

- 10.1 Introduzione 66
- 10.2 Caratteristiche dei carboidrati 66
- FOCUS 10.1** Metodi classici di analisi dei carboidrati 66
- 10.3 Applicazioni dell'NMR allo studio dei carboidrati 67
- Studio della struttura 67
- 10.4 Caratteristiche delle proteine 67
- FOCUS 10.2** Metodi classici di analisi delle proteine 68
- 10.5 Applicazioni dell'NMR allo studio delle proteine 69
- Studio della struttura 69
- Trattamento termico e stato di conservazione 69
- 10.6 Caratteristiche dei lipidi 70
- 10.7 Applicazioni dell'NMR allo studio dei lipidi 70
- Studio della struttura 70
- FOCUS 10.3** Metodi classici di analisi dei lipidi 71

**Capitolo 11****Frutta e verdura 73***Alessandra Ciampa, Carmelo Corsaro, Maurizio Delfini, Cinzia Ingallina, Domenico Mallamace, Pierluigi Mazzei, Alessandro Piccolo, Valeria Righi, Fabio Sciubba, Alberto Spisni*

- 11.1 Caratteristiche dei prodotti ortofrutticoli 73
- 11.2 Applicazioni dell'NMR 73
- Spettroscopia NMR in soluzione 74
- FOCUS 11.1** Metodi classici di analisi dei prodotti ortofrutticoli 74
- HRMAS e CPMAS 75
- Rilassometria 75
- MRI 75
- FOCUS 11.2** Preparazione dei campioni ortofrutticoli per NMR in soluzione 75
- 11.3 Esempi di matrici ortofrutticole 76
- Mele 76
- Kiwi 76
- FOCUS 11.3** Analisi dei succhi di frutta 76
- Pistacchi 79
- Carote 80
- Pomodori 82
- Ravanella 82
- Limone e cedro 83

**Capitolo 12****Spezie: il caso studio dello zafferano 85***Laura Ruth Cagliani, Roberto Consonni***12.1 Introduzione 85****12.2 Caratteristiche dello zafferano 85****FOCUS 12.1** Coltivazione dello zafferano 86**FOCUS 12.2** Metodi classici di analisi dello zafferano 88**12.3 Applicazioni dell'NMR 89**

Profilo chimico 89

Zafferano di diversa origine geografica 89

Conservazione dello zafferano 90

Frodi 91

Analisi dei petali e degli stami di *Crocus sativus* L. 93Molecole estratte da zafferano, foglie e petali di *Crocus sativus* L. con potenziale effetto benefico per la salute 93**Capitolo 13****Olio di oliva 95***Francesco Longobardi, Luisa Mannina, Antonio Randazzo, Archimede Rotondo, Andrea Salvo***13.1 Caratteristiche dell'olio extra vergine di oliva 95****13.2 Applicazioni dell'NMR 97**Assegnazione dello spettro <sup>1</sup>H di un olio di oliva 97**FOCUS 13.1** Metodi classici di analisi degli oli di oliva 97**FOCUS 13.2** Sequenze selettive 98Assegnazione dello spettro <sup>13</sup>C di un olio di oliva in soluzione 98**13.3 Analisi NMR e analisi convenzionali 100**

Acidità libera 100

Analisi della composizione delle catene grasse 100

Analisi degli steroli 100

Analisi sensoriale 100

Origine geografica 102

Frodi 104

**Capitolo 14****Aceto balsamico e Aceto Balsamico Tradizionale 106***Laura Ruth Cagliani, Roberto Consonni***14.1 Caratteristiche delle diverse tipologie di aceto 106**

Aceto 106

Aceto balsamico 106

Aceto Balsamico Tradizionale di Modena 107

**FOCUS 14.1** Produzione dell'ABTM 107**14.2 Applicazioni dell'NMR 108****FOCUS 14.2** Metodi classici di analisi di ABM e ABTM 108

Profilo chimico 109

Valutazione dell'invecchiamento: campioni di ABM e ABTM 109

Differenziare ABM e ABTM 110

Rilevamento di frodi e rispetto del disciplinare di produzione di ABTM 111

**Capitolo 15****Vino 114***Davide Bertelli, Augusta Caligiani, Luisa Mannina, Lucia Marchetti, Mattia Spano***15.1 Caratteristiche del vino 114****15.2 Applicazioni dell'NMR 114****FOCUS 15.1** Metodi classici di analisi del vino 115**FOCUS 15.2** Cenni storici: l'NMR per l'analisi del vino 115Assegnazione dello spettro <sup>1</sup>H in soluzione 115

Origine geografica del vino 116

Varietà delle uve 118

Annata di produzione 118

**FOCUS 15.3** Cenni sulla preparazione dei campioni per l'analisi NMR in soluzione 118

Invecchiamento del vino 119

Fermentazione e ceppi di lievito 119

Studio del precipitato durante la conservazione del vino 120

SNIF NMR 121

**FOCUS 15.4** Analisi SNIF del vino 121

Aggiunta di zuccheri nel vino 122

**Capitolo 16****Prodotti dell'alveare 123***Davide Bertelli, Lucia Marchetti, Ileana Menegazzo, Elisabetta Schievano***16.1 Introduzione 123****16.2 Caratteristiche del miele 123****16.3 Applicazioni dell'NMR allo studio del miele 124****FOCUS 16.1** Metodi classici di analisi del miele 125**FOCUS 16.2** Preparazione del campione di miele per l'analisi NMR 126

Soluzioni di miele in solventi polari 126

Estratti organici del miele 130

Classificazione botanica 130

Classificazione geografica 130

Adulterazioni del miele 133

**16.4 Caratteristiche della propoli 136****FOCUS 16.3** Metodi classici di analisi della propoli 136

<b>16.5 Applicazioni dell'NMR allo studio della propoli</b>	137
Assegnazione dello spettro <sup>1</sup> H	137
<b>FOCUS 16.4</b> Preparazione del campione di propoli per l'analisi NMR	137

## Capitolo 17

<b>Carne</b>	<b>140</b>
<i>Augusta Caligiani, Alessandra Ciampa, Luca Laghi, Pierluigi Mazzei, Massimiliano Petracchi, Alessandro Piccolo, Alberto Spisni</i>	
<b>17.1 Caratteristiche della carne</b>	140
<b>17.2 Applicazioni dell'NMR</b>	141
Acqua localizzata all'interno e all'esterno delle miofibrille	141
<b>FOCUS 17.1</b> Metodi classici per la determinazione dell'autenticità di carne e prodotti a base di carne	142
Determinazione delle percentuali di grasso e acqua	143
Forma e dimensione degli spazi intra- ed extramiofibrillari	143
Anomalie emergenti nel petto di pollo	144
Rilassogrammi come impronte digitali della qualità della carne	144
<b>17.3 Applicazioni dell'MRI</b>	144
<b>17.4 Applicazioni dell'NMR ad alta risoluzione</b>	145
Autenticazione di specie/razza	145
Origine geografica	146
Processo tecnologico	147

## Capitolo 18

<b>Pesce e prodotti dell'acquacoltura</b>	<b>148</b>
<i>Federica Angilè, Alessandra Ciampa, Laura Del Coco, Sandra A. De Pascali, Francesco Paolo Fanizzi, Chiara R. Girelli, Pierluigi Mazzei, Adele Mucci, Alessandro Piccolo, Alberto Spisni</i>	
<b>18.1 Caratteristiche dell'acquacoltura e dei prodotti della pesca</b>	148
Composizione chimica dei prodotti ittici	148
<b>18.2 Applicazioni dell'NMR</b>	149
<b>FOCUS 18.1</b> Impianti di acquaponica	149
<b>FOCUS 18.2</b> Metodi classici di analisi dei prodotti ittici	149
Profilo metabolomico del prodotto ittico	150
Freschezza, valore nutrizionale e cambiamenti legati alla conservazione dei prodotti ittici	150
Acquacoltura ed effetto delle pratiche di allevamento e dell'ambiente marino	151
Acquacoltura ed effetto dei mangimi utilizzati: il caso della tilapia	153
Determinazione della qualità del prodotto ittico in presenza di specie invasive: il caso del sarago maggiore	154

Tracciabilità e origine geografica del prodotto ittico	155
Non solo pesci: studi con NMR di altri prodotti acquatici	155

## Capitolo 19

<b>Sostanze nervine</b>	<b>160</b>
<i>Giacomo Di Matteo, Anatoly P. Sobolev</i>	
<b>19.1 Introduzione</b>	160
<b>19.2 Caratteristiche del caffè</b>	160
<b>FOCUS 19.1</b> Metodi classici di analisi del caffè	161
<b>19.3 Applicazioni dell'NMR allo studio del caffè</b>	162
Determinazione dello spettro <sup>1</sup> H del caffè	162
Origine geografica del caffè e marchio di produzione	163
Studio del processo di tostatura	164
<b>FOCUS 19.2</b> Predizione del sapore del caffè tostato tramite metodologia NMR	164
Miscelazione fraudolenta di specie di caffè	165
Contenuto di caffeina	165
<b>19.4 Caratteristiche del tè</b>	166
<b>19.5 Applicazioni dell'NMR allo studio del tè</b>	167
<b>FOCUS 19.3</b> Metodi classici di analisi del tè	167
Profilo chimico del tè	168
Origine geografica	168
Fermentazione del tè	168
Classificazione dei tipi di tè	171

## Capitolo 20

<b>Latte</b>	<b>172</b>
<i>Flaminia Cesare Marincola, Salvatore Milone, Paola Scano, Alberto Spisni</i>	
<b>20.1 Caratteristiche del latte</b>	172
<b>20.2 Applicazioni dell'NMR</b>	174
Componente idrofila del latte	174
<b>FOCUS 20.1</b> Metodi classici di analisi del latte	174
<b>FOCUS 20.2</b> Metodiche estrattive per l'analisi NMR del latte	175
Componente lipidica del latte	179
Il latte materno: gli oligosaccaridi	182

## Capitolo 21

<b>Formaggio</b>	<b>185</b>
<i>Flaminia Cesare Marincola, Alessandra Ciampa, Raffaele Lamanna, Pierluigi Mazzei, Alessandra Micozzi, Salvatore Milone, Alessandro Piccolo, Paola Scano, Alberto Spisni</i>	
<b>21.1 Caratteristiche del formaggio</b>	185
<b>FOCUS 21.1</b> Metodi classici di analisi dei prodotti lattiero caseari	186
<b>21.2 Applicazioni dell'NMR</b>	186
Analisi <sup>1</sup> H NMR della componente idrofila	186

Analisi $^1\text{H}$ and $^{13}\text{C}$ NMR della componente lipidica	188		
Analisi HRMAS	189		
Analisi MRI	190		
<b>Capitolo 22</b>			
<b>Canapa industriale</b>	<b>192</b>		
<i>Giacomo Di Matteo, Cinzia Ingallina, Luisa Mannina, Mattia Spano</i>			
<b>22.1 Caratteristiche della <i>Cannabis sativa</i> L. e dei suoi prodotti di lavorazione</b>	192		
Problematiche legate alla coltivazione della canapa e legislazione	193		
		<b>FOCUS 22.1</b> Metodi classici di analisi dei cannabinoidi	194
		<b>22.2 Applicazioni dell'NMR</b>	196
		Caratterizzazione di semi e olio di canapa	196
		Rilevamento di adulterazioni dell'olio di canapa	196
		<b>FOCUS 22.2</b> Riferimenti normativi	196
		Infiorescenze di canapa	198
		Referenze iconografiche	200
		Indice analitico	201