

Scheda tecnica per la determinazione del
CONTENUTO IN UMIDITÀ DEL SEME
con il metodo di essiccamento in STUFA a TEMPERATURA
COSTANTE

Roberta Bonetti, Lorenza Bettoni, Maria Laura Fusari, Elisabetta Mallozza, Paola Mazzola,
Fabio Ferrari, Rita Zecchinelli



Premessa

La conoscenza del grado di umidità presente nel seme riveste grande importanza. Questo fattore, infatti, influisce in modo rilevante sul mantenimento delle caratteristiche fisiologiche del seme e quindi sulla sua vitalità e conservabilità. Inoltre, rappresenta un elemento di conoscenza sostanziale per il calcolo del peso secco del lotto di seme e dell'eventuale valore commerciale a questo associato.

La determinazione del contenuto in umidità ha lo scopo di accertare il contenuto in acqua del seme. La scheda illustra l'applicazione del **metodo di essiccamento in stufa a temperatura costante**, utilizzato nella routine del laboratorio di analisi sementi della

sede CREA DC di Tavazzano (LO). Con questo metodo, il contenuto in umidità è calcolato sulla base della perdita in peso subita dal campione posto ad essiccare in stufa ad una determinata temperatura, per uno specifico intervallo di tempo. Il metodo è descritto nei Metodi Ufficiali di Analisi (DM 22 dicembre 1992) e nel capitolo 9 delle Norme ISTA in vigore (*Determination of moisture content*).

Attrezzature

Per la determinazione del contenuto in umidità sono richieste le seguenti attrezzature di laboratorio:

- Bilancia analitica sensibile al milligrammo (foto 1).
- Stufa da laboratorio ventilata, alimentata elettricamente, che consenta il controllo della temperatura al suo interno (è richiesto il mantenimento di una temperatura costante di 103 o 130 °C nelle zone ove sono riposti i campioni), in grado di riguadagnare la temperatura di lavoro entro 30 minuti dall'apertura (foto 2).
- Mulino da laboratorio regolabile per ottenere particelle delle dimensioni desiderate (vedi oltre), di materiale che non assorbe umidità, facile da pulire, che non sviluppa un calore tale da provocare asciugatura del campione macinato (il laboratorio può stabilire il tempo massimo di utilizzo continuativo o il numero massimo di campioni macinati in successione) (foto 3a, 3b).
- Essiccatori in vetro contenenti gel di silice in granuli con indicatore di colore (N.B. preferire *silica gel* privi di cobalto, atossici) (foto 4).
- Contenitori con coperchio (pesafiltri), di metallo o vetro, la cui superficie interna utile consenta la distribuzione del campione in uno strato non superiore a 0,3 g/cm², cucchiaio, bisturi (foto 5).



Foto 1



Foto 2



Foto 3a



Foto 3b



Foto 4



Foto 5

In aggiunta alle attrezzature sopra elencate, il laboratorio deve anche disporre di setacci idonei alla verifica della granulometria fine o grossolana del materiale macinato, come richiesto per alcune specie e come descritto oltre.

Inoltre, è importante dotarsi di guanti anticalore da utilizzare quando la stufa è in funzione.

Campione d'analisi

Il campione d'analisi deve pervenire al laboratorio in un contenitore a tenuta di umidità, impermeabile all'aria e all'acqua, perfettamente integro, nel quale sia minima la presenza di aria (foto 6); questo perché le sementi possono assorbire umidità o cederla, a seconda dell'umidità relativa presente nell'ambiente a cui sono esposte.

L'analisi dev'essere effettuata al più presto, preferibilmente entro 24 ore dal ricevimento del campione; se ciò non è possibile, sarà necessario conservare il campione in frigorifero, senza manomettere il contenitore a tenuta di umidità. In questo caso, prima di procedere bisognerà attendere che la temperatura del seme (sempre mantenuto nel suo contenitore) si porti in equilibrio con quella dell'ambiente del laboratorio.

Per alcune specie, prima di porre i semi ad essiccare in stufa, si rende obbligatoria l'applicazione dell'operazione del taglio o della macinazione.

Quando non è richiesta la macinazione o il taglio, si prelevano direttamente dal campione pervenuto 2 sotto-campioni di $4,5 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ ciascuno (pesafiltri di diametro maggiore di 5 e minore di 8 cm) o di $10,0 \text{ g} \pm 1,0 \text{ g}$ ciascuno (pesafiltri di diametro uguale o superiore a 8 cm); questi sotto-campioni si ottengono, dopo accurata miscelazione da effettuarsi nel tempo massimo di 1 minuto, combinando almeno tre prelievi effettuati in punti diversi della massa del campione pervenuto; durante questa fase il seme che va a costituire ogni replica non deve rimanere esposto all'aria per più di 30 secondi.

Quando sono richiesti il taglio o la macinazione si procede come segue.

Taglio

Oltre ad alcune specie arboree, il taglio del seme è richiesto per *Arachis hypogaea* e *Ricinus communis*.

Si procede tagliando velocemente un minimo di 10 semi per poter disporre di 2 repliche, costituite ciascuna da circa 5 g; la dimensione di ciascun frammento di seme deve essere inferiore a 7 mm ed il tempo massimo per effettuare l'intera operazione di preparazione del seme non deve superare i 4 minuti. Per procedere speditamente ed operare in modo corretto, è consigliabile dotarsi di una riga graduata da porre vicino al campione, per un'immediata verifica della dimensione dei frammenti tagliati.

Macinazione

Quando è richiesta la macinazione, dopo avere verificato la pulizia del mulino ed avere impostato il corretto grado di macinazione, si preleva un unico campione di almeno 10 g, con le modalità e le tempistiche descritte in precedenza (miscelazione del campione per il tempo massimo di 1 minuto, almeno tre prelievi in punti diversi da concludersi entro 30 secondi).



Foto 6

Il metodo di analisi prevede due tipi di macinazione, fine e grossolana. Il mulino deve essere quindi regolato in modo diverso, a seconda dei due casi.

a) *Macinazione fine*: almeno il 50% del materiale triturato deve passare attraverso un vaglio con maglie di 0,50 mm e non più del 10% deve rimanere sopra un vaglio con maglie di 1,00 mm (foto 7a, 7b).



Foto 7a



Foto 7b

b) *Macinazione grossolana*: almeno il 50% del materiale triturato deve passare attraverso un vaglio con maglie di 4,00 mm e non più del 55% deve passare attraverso un vaglio con maglie di 2,00 mm (foto 8).

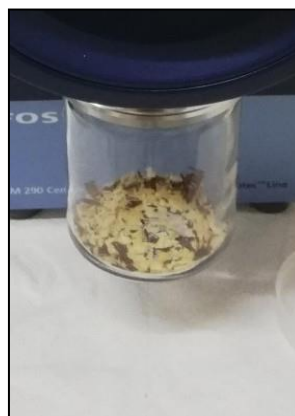


Foto 8

Le specie per le quali si rende necessaria la macinazione, fine o grossolana, sono in generale quelle a seme di grandi dimensioni. Informazioni di dettaglio sono reperibili nella tabella 1.

Il campione di circa 10 g viene quindi sottoposto al tipo di macinazione previsto per la specie. L'operazione deve concludersi entro 2 minuti e dal materiale macinato si ottengono poi le due repliche, ciascuna del peso di $4,5 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ (se i pesafiltro che useremo per l'analisi hanno diametro maggiore di 5 e minore di 8 cm), o di $10,0 \text{ g} \pm 1,0 \text{ g}$ (per pesafiltro di diametro maggiore o uguale a 8 cm).

Con scadenza prestabilita dal laboratorio, sulla base del numero di analisi richieste, il mulino deve essere sottoposto a verifica per confermare la regolazione che consente di ottenere un macinato fine o grossolano, delle caratteristiche sopra descritte. L'ISTA *Handbook for Moisture Determination* fornisce l'indicazione di una verifica almeno annuale per ogni specie o gruppo di specie simili.

Pre-essiccazione

Normalmente, nelle condizioni tipiche del nostro paese la pre-essiccazione non si rende necessaria. Tuttavia, è bene sapere che per le specie che richiedono macinazione, il metodo fissa una percentuale massima in umidità, oltre la quale è necessario sottoporre il campione a procedura preliminare di pre-essiccazione. Questo limite è del 17% per la maggior parte delle specie, 12% per soia, 13% per riso.

La necessità di ricorrere alla pre-essiccazione può manifestarsi a seguito dell'esito della prima analisi, richiedendo il prelievo di un nuovo campione di lavoro.

La procedura prevede il prelievo di due sotto-campioni, ciascuno del peso di 25 ± 1 g. Ciascuno rappresenta una replica che viene posta in un contenitore precedentemente pesato e quindi messa in stufa a $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ per 5-10 minuti, a seconda del contenuto di umidità. Il materiale parzialmente essiccato viene poi tenuto per almeno 2 ore alle condizioni ambientali del laboratorio per stabilizzarsi.

Nel caso di cariossidi molto umide di *Zea mays* (contenuto di umidità superiore al 25%), il campione viene distribuito in uno strato profondo non più di 20 mm ed essiccato a $65\text{-}75\text{ }^{\circ}\text{C}$ per 2-5 ore, a seconda del contenuto iniziale di acqua.

Per altre specie con un contenuto di umidità superiore al 30%, i campioni devono essere lasciati ad essiccare durante un'intera notte in un luogo caldo.

Dopo la pre-essiccazione, le repliche vengono ripesate nei loro contenitori per determinare la percentuale di umidità eliminata con la pre-essiccazione. Il dato verrà utilizzato per calcolare il risultato finale dell'analisi, come descritto più avanti in questa scheda.

Subito dopo la pesatura, le due repliche parzialmente essiccate vengono macinate separatamente e da ciascuna viene prelevato il campione di lavoro che verrà sottoposto ad analisi come descritto per i campioni non sottoposti a pre-essiccazione.

Procedura

La stufa dedicata alla determinazione del contenuto in umidità deve essere sottoposta a regolari controlli che confermino il possesso e il mantenimento delle specifiche tecniche previste dalla metodologia.

A seconda della capacità della stufa e delle eventuali limitazioni stabilite per il suo uso (alcune zone potrebbero ad esempio non rivelarsi idonee per l'impossibilità di mantenervi una temperatura costante per tutta la durata della prova), il laboratorio può stabilire il numero massimo di campioni da essiccare contemporaneamente.

La determinazione del contenuto in umidità è effettuata adottando due regimi termici diversi a seconda delle specie:

- a) metodo a bassa temperatura $101\text{-}105\text{ }^{\circ}\text{C}$ per 17 ± 1 h
- b) metodo ad alta temperatura $130\text{-}133\text{ }^{\circ}\text{C}$ per $1\text{h} \pm 3\text{min} - 2\text{h} \pm 6\text{min} - 4\text{h} \pm 12\text{min}$.

In entrambi i casi, la temperatura prevista deve mantenersi costante per tutta la durata della prova.

Avendo verificato il metodo da utilizzare per la specie da analizzare (tabella 1), bisogna quindi mettere in funzione la stufa, regolandola sulla temperatura richiesta. Quindi si procede predisponendo i pesafiltri, ciascuno abbinato al proprio coperchio, verificando che entrambi siano del tutto asciutti. Per facilitare l'abbinamento, è utile avere identificato pesafiltro e coperchio con uno stesso numero o codice. Ogni pesafiltro provvisto del coperchio viene quindi pesato. Il peso della tara arrotondato alla 3° cifra decimale verrà annotato sulla scheda di analisi (**Tara = peso a**).

Con l'ausilio di un cucchiaino, si procede mescolando accuratamente e rapidamente il campione, sia che sia costituito da seme intero, frammenti di seme o farina all'interno del

suo contenitore, limitando quanto possibile la sua esposizione all'aria. L'operazione deve concludersi entro 1 minuto. Come descritto in precedenza, con almeno 3 prelievi e nel tempo massimo di 30 secondi si ottiene prima una replica poi l'altra, ciascuna inserita in un pesafiltro, in uno strato che ricopra in modo uniforme tutto il fondo.

Il pesafiltro deve essere richiuso prontamente con il proprio coperchio e quindi pesato, con arrotondamento alle prime 3 cifre decimali (**Peso lordo seme umido = peso b**).

Tabella 1 – Metodi per la determinazione del contenuto in umidità (specie agricole e da orto)

SPECIE	Macinazione (NO/Fine/Grossolana) o taglio	Metodo a temperatura (bassa/alta)	Alta temperatura: durata (ore)	Necessità di pre-essiccazione
BARBABIETOLA				
<i>Beta vulgaris</i>	NO	ALTA	1	-
CEREALI				
<i>Avena</i> spp.	Grossolana	ALTA	2	Contenuto di umidità > 17%
<i>Fagopyrum esculentum</i> , <i>Secale cereale</i> , <i>Hordeum vulgare</i> , <i>Sorghum</i> spp., <i>Triticum</i> spp., <i>xTriticosecale</i>	Fine	ALTA	2	Contenuto di umidità > 17%
<i>Oryza sativa</i>	Fine	ALTA	2	Contenuto di umidità > 13%
<i>Panicum</i> spp.	NO	ALTA	2	-
<i>Phalaris</i> spp., <i>Setaria</i> spp.	NO	ALTA	1	-
<i>Zea mays</i>	Fine	ALTA	4	Contenuto di umidità > 17%
GRAMINACEE FORAGGERE				
<i>Agrostis</i> spp., <i>Alopecurus pratensis</i> , <i>Anthoxanthum odoratum</i> , <i>Arrhenatherum</i> spp., <i>Bromus</i> spp., <i>Cenchrus</i> spp., <i>Chloris gayana</i> , <i>Cynodon dactylon</i> , <i>Cynosurus cristatus</i> , <i>Dactylis glomerata</i> , <i>Deschampsia</i> spp., <i>Elytrigia</i> spp., <i>Festuca</i> spp., <i>Holcus lanatus</i> , <i>Paspalum</i> spp., <i>Phleum</i> spp., <i>Poa</i> spp., <i>Trisetum flavescens</i> , <i>Urochloa</i> spp.	NO	ALTA	1	-
<i>Lolium</i> spp.	NO	BASSA / ALTA	-	-
<i>Megathyrus maximus</i> (ex <i>Panicum maximum</i>)	NO	ALTA	2	-
LEGUMINOSE FORAGGERE				
<i>Galega orientalis</i> , <i>Lotus</i> spp., <i>Medicago</i> spp., <i>Melilotus</i> spp., <i>Onobrychis viciifolia</i> , <i>Ornithopus sativus</i> , <i>Trifolium</i> spp.	NO	ALTA	1	-
<i>Lupinus</i> spp., <i>Vicia</i> spp., <i>Vigna</i> spp.	Grossolana	ALTA	1	Contenuto di umidità > 17%

SPECIE	Macinazione (NO/Fine/Grossolana) o taglio	Metodo a temperatura (bassa/alta)	Alta temperatura: durata (ore)	Necessità di pre-essiccazione
SPECIE OLEAGINOSE E DA FIBRA				
<i>Arachis hypogaea, Ricinus communis</i>	Taglio	BASSA	-	Contenuto di umidità > 17%
<i>Cannabis sativa, Carum carvi, Papaver sonniferum</i>	NO	ALTA	1	-
<i>Glycine max</i>	Grossolana	BASSA	-	Contenuto di umidità > 12%
<i>Gossypium spp.</i>	Fine	BASSA	-	Contenuto di umidità > 17%
<i>Camelina sativa, Helianthus annuus, Linum usitatissimum, Sesamum indicum, Sinapis spp.</i>	NO	BASSA	-	-
SPECIE ORTIVE				
<i>Allium spp., Brassica spp., Capsicum spp., Raphanus sativus, Solanum melongena</i>	NO	BASSA	-	-
<i>Anethum graveolens, Anthriscus spp., Apium graveolens, Asparagus officinalis, Cichorium spp., Cuminum cyminum, Cucumis spp., Cucurbita spp., Daucus carota, Lactuca sativa, Lepidium sativum, Pastinaca sativa, Petroselinum crispum, Scorzonera hispanica, Solanum lycopersicum, Spinacia oleracea, Valerianella locusta</i>	NO	ALTA	1	-
<i>Cicer arietinum, Citrullus lanatus, Macroptilium atropurpureum, Phaseolus spp., Pisum sativum</i>	Grossolana	ALTA	1	Contenuto di umidità > 17%
ALTRE SPECIE				
<i>Nicotiana tabacum</i>	NO	ALTA	1	-
<i>Phacelia tanacetifolia</i>	NO	ALTA	1	-
<i>Lathyrus spp.</i>	Grossolana	ALTA	1	Contenuto di umidità > 17%

I pesafiltri sono quindi riposti in stufa aperti, ciascuno con il proprio coperchio appoggiato a fianco (foto 9).

La stufa è subito richiusa, attendendo che raggiunga la temperatura impostata (il tempo necessario al raggiungimento di questo valore non deve superare 30 minuti); da quel momento si inizia a calcolare la durata dell'essiccamento.

Al termine del periodo previsto, i pesafiltri vengono immediatamente chiusi con il proprio coperchio e posti nell' essiccatore per raffreddare (Foto 10a, 10b).

Foto 9



Nel caso in cui il colore del gel di silice sia virato, si deve utilizzare un altro essiccatoio, predisponendo l'essiccazione del gel da rigenerare in stufa a 120-140°C per 3 ore circa.

Ai fini di controllo qualità, è consigliabile registrare sulla scheda di analisi gli orari di inserimento dei campioni, raggiungimento della temperatura di esercizio e fine essiccamento.



Foto 10a



Foto 10b

Una volta raffreddati, i campioni di analisi posti nell'essiccatoio vengono pesati nuovamente per ottenere il peso dopo essiccazione (**Peso lordo secco = peso c**).

Riporre il pesafiltro nell'essiccatoio fino al termine della fase di calcolo, allo scopo di poterne disporre in caso di ulteriori approfondimenti.

Calcolo della percentuale di umidità

Il contenuto di umidità viene calcolato come percentuale in peso secondo la seguente formula:

$$\text{Umidità \%} = \frac{b-c}{b-a} \times 100 = \frac{\text{peso lordo umido} - \text{peso lordo secco (perdita d'acqua)}}{\text{peso lordo umido} - \text{peso tara (peso iniziale del campione)}} \times 100$$

Per ogni replica, il calcolo deve essere eseguito alla precisione del milligrammo (3° cifra decimale). È necessario poi procedere calcolando la differenza fra la percentuale di umidità delle due ripetizioni e verificando il rispetto delle tolleranze (massima differenza ammessa) previste dalle Norme ISTA (vedi oltre). Se il riscontro è positivo, il risultato finale è dato dalla media delle due repliche ed è espresso con una cifra decimale.

Se il materiale è stato sottoposto anche a pre-essiccazione il risultato finale sarà calcolato secondo la seguente formula:

$$\text{Umidità \%} = (S1 + S2) - \frac{S1 \times S2}{100}$$

Dove:

S1= umidità persa nella prima fase (pre-essiccazione)

S2= umidità persa nella seconda fase

Il calcolo deve essere eseguito separatamente per le due repliche e il risultato sottoposto a verifica della tolleranza (vedi oltre), prima di ottenere il risultato finale.

Per il laboratorio, è consigliabile predisporre fogli elettronici contenenti le formule sopra illustrate, opportunamente validate prima dell'uso. Questo consentirà di risparmiare tempo e prevenire possibili errori nello svolgimento del lavoro di routine.

Tolleranze

La determinazione si effettua su due repliche ed è ritenuta valida se la differenza tra le due ripetizioni non supera lo 0,2%. La differenza fra le repliche viene calcolata alla terza cifra decimale, quindi arrotondata alla prima cifra decimale.

Se questo calcolo porta ad un valore superiore al 0,2%, è necessario ripetere la prova. Se i risultati della rianalisi risultano entro la tolleranza, si può procedere al calcolo del risultato finale, dato dalla media delle due repliche.

Se i nuovi risultati sono ancora fuori tolleranza, si confrontano le medie ottenute con la prima analisi e con la riprova; se queste differiscono per meno dello 0,2%, il risultato finale è dato dalla loro media. Se anche questo confronto fornisce esito fuori tolleranza, l'analisi deve essere interrotta, senza poter fornire un risultato finale.

Espressione del risultato e compilazione certificato d'analisi

Sul certificato d'analisi viene riportata la media delle percentuali di umidità ottenute dalle due repliche, espressa ad una cifra decimale.

Per tutte le specie, sul certificato di analisi deve essere riportato il metodo utilizzato; per le specie per le quali le norme non prevedono un metodo, il metodo consigliato è quello a bassa temperatura e il certificato deve precisare che non si tratta di metodo standardizzato (il certificato ISTA precisa che il metodo non è incluso nelle Norme ISTA).

Un caso particolare è quello dell'arachide (*Arachis hypogaea*), per la quale la determinazione del contenuto in umidità può essere eseguita sia su baccello che su seme. Questa informazione deve essere riportata sul certificato.

Bibliografia

Metodi Ufficiali di Analisi per le sementi – DM 22 dicembre 1992 – Supplemento ordinario alla GU n. 2 del 4 gennaio 1993.

International Rules for Seed Testing 2020 – Capitolo 9 - ISTA

ISTA Handbook on Moisture Determination – First Edition 2007