

Allegato XI alla norma CEE n. 2568/91 - Determinazione del tenore di solventi alogenati volatili

Inviato da Administrator
lunedì, 06 novembre 2006 00:32

Allegato XI alla norma CEE n. 2568/91 Allegato XI Determinazione del tenore di solventi alogenati volatili nell'olio di oliva

1. PRINCIPIO

Analisi mediante cromatografia in fase gassosa secondo la tecnica dello spazio di testa (head space).

2. APPARECCHIATURA

- 2.1. Apparecchio di cromatografia in fase gassosa, munito di rivelatore a cattura di elettroni.
- 2.2. Apparecchiatura per spazio di testa.
- 2.3. Colonna per cromatografia in fase gassosa, in vetro, di 2 m di lunghezza e 2 mm di diametro, fase stazionaria. OV101 al 10 % o equivalente, impregnato su una terra di diatomee calcinata, lavata con acidi e silanizzata, di granulometria 80-100 Mesh.
- 2.4. Gas vettore e gas ausiliario; azoto per cromatografia in fase gassosa, idoneo alla rivelazione per cattura di elettroni.
- 2.5. Bottiglie in vetro da 10 a 15 ml, munite di una guarnizione in teflon e di un tappo d'alluminio provvisto di un orifizio per prelievo a mezzo siringa.
- 2.6. Pinze a chiusura ermetica.
- 2.7. Siringa per gas da 0,5 a 2 ml.

3. REATTIVI

Solventi alogenati volatili di purezza idonea all'impiego per cromatografia in fase gassosa.

4. PROCEDIMENTO

- 4.1. Pesare con precisione 3 g d'olio circa in una bottiglia di vetro (da non riutilizzare) e chiudere la bottiglia ermeticamente. Riporre la bottiglia in un termostato a 70°C per un'ora. Prelevare con precisione con la siringa un volume da 0,2 a 0,5 ml dallo spazio di testa ed iniettarlo nella colonna del cromatografo in fase gassosa regolato come segue:
 - temperatura dell'iniettore: 150°C
 - temperatura della colonna: 70-80°C
 - temperatura del rivelatore: 200-250°CSi possono usare temperature diverse purché i risultati siano equivalenti.
- 4.2. Soluzioni di riferimento: preparare soluzioni standard, usando olio d'oliva, raffinato senza traccia di solventi, a concentrazioni variabili tra 0,05 e 1 mg/kg ed in relazione con il tenore presunto del campione. L'eventuale diluizione deve essere fatta con pentano.
- 4.3. Valutazione quantitativa: fare il rapporto tra le superfici o le altezze dei picchi del campione e della soluzione standard corrispondente alla concentrazione presunta più vicina. Se lo scarto relativo supera il 10 % occorre ripetere l'analisi comparato con una nuova soluzione standard, fino a che la sua concentrazione rientri nel suddetto scarto relativo. Il tenore è determinato in base ad una media di iniezioni elementari.
- 4.4. Espressione dei risultati: i risultati sono espressi in mg/kg (ppm). Il limite di rivelazione del metodo è di 0,01 mg/kg.