
INDICE

| | | |
|-------------|--|-----------|
| 1 | SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE | 1 |
| 2 | RIFERIMENTI NORMATIVI | 1 |
| 3 | TERMINI E DEFINIZIONI | 1 |
| 4 | PRINCIPIO | 1 |
| 5 | APPARECCHIATURA | 1 |
| 6 | REAGENTI | 2 |
| 7 | PROCEDIMENTO | 3 |
| figura 1 | Cromatogramma HPLC registrato a 255 nm dei benzilesteri degli acidigrassi di un olio extra vergine di oliva..... | 4 |
| figura 2 | Ingrandimento del cromatogramma HPLC di figura 1 effettuato sulla zona di eluizione degli acidi grassi ossidati | 5 |
| 8 | ESPRESSIONE DEI RISULTATI | 5 |
| 8.1 | Controllo della reazione - Calcolo del valore RRF | 5 |
| 8.2 | Calcolo della percentuale in peso degli acidi grassi ossidati | 6 |
| prospetto 1 | Identificazione dei picchi relativi alla zona di eluizione dei benzilesteri degli acidi grassi ossidati: assorbimento UV (max UV abs.), RRT (tempo di ritenzione relativo) | 6 |
| 9 | PRECISIONE | 7 |
| prospetto 2 | Contenuto percentuale in peso (mg/100 mg) degli acidi grassi ossidati..... | 7 |
| prospetto 3 | Fattore di risposta per il controllo della reazione di transesterificazione (RRF) | 8 |
| 9.1 | Ripetibilità, <i>r</i> | 8 |
| 9.2 | Riproducibilità, <i>R</i> | 8 |
| figura 3 | Rappresentazione grafica dei margini di precisione relativi al contenuto totale % degli acidi grassi ossidati (prospetto 2)..... | 9 |
| 10 | RAPPORTO DI PROVA | 9 |
| | BIBLIOGRAFIA | 10 |

QUESTO DOCUMENTO È UNA PREVIEW. RIPRODUZIONE VIETATA

1

SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente norma descrive un procedimento per la determinazione quantitativa dei principali acidi grassi ossidati presenti nei trigliceridi degli oli vergini di oliva utilizzando la tecnica HPLC. Tale metodo quantifica solo gli acidi grassi ossidati esterificati.

AVVERTENZA - L'utilizzo del presente metodo può richiedere l'impiego di apparecchiature e sostanze pericolose o l'esecuzione di operazioni che comportano un certo rischio. Il presente metodo non ha lo scopo di affrontare tutti i problemi di sicurezza connessi col suo impiego, perciò l'utilizzatore è responsabile della definizione di procedure di sicurezza appropriate e del rispetto della legislazione vigente.

2

RIFERIMENTI NORMATIVI

La presente norma rimanda, mediante riferimenti datati e non, a disposizioni contenute in altre pubblicazioni. Tali riferimenti normativi sono citati nei punti appropriati del testo e sono di seguito elencati. Per quanto riguarda i riferimenti datati, successive modifiche o revisioni apportate a dette pubblicazioni valgono unicamente se introdotte nella presente norma come aggiornamento o revisione. Per i riferimenti non datati vale l'ultima edizione della pubblicazione alla quale si fa riferimento (compresi gli aggiornamenti).

| | |
|----------------|---|
| UNI ISO 5725-1 | Accuratezza (esattezza e precisione) dei risultati e dei metodi di misurazione – Parte 1: Principi generali e definizione |
| UNI ISO 5725-2 | Accuratezza (giustezza e precisione) dei risultati e dei metodi di misurazione – Parte 2: Metodo base per la determinazione della ripetibilità e riproducibilità di un metodo di misurazione normalizzato |
| UNI ISO 5725-5 | Accuratezza (esattezza e precisione) dei risultati e dei metodi di misurazione – Parte 5: Metodi alternativi per la determinazione della precisione di un metodo di misurazione normalizzato |
| UNI ISO 5725-6 | Accuratezza (esattezza e precisione) dei risultati e dei metodi di misurazione – Parte 6: Uso nella pratica dei valori di accuratezza |

3

TERMINI E DEFINIZIONI

Ai fini della presente norma si applicano i termini e le definizioni seguenti

3.1

acidi grassi ossidati: Composti liposolubili formati da catene di atomi di carbonio dotate di un gruppo terminale carbossilico sulle quali è avvenuto l'attacco di una molecola di ossigeno con la formazione di idroperossiacidi, idrossiacidi, chetoacidi e altre specie ossidate.

4

PRINCIPIO

Gli acidi grassi ossidati, presenti nelle forme primarie (idroperossiacidi) e secondarie (idrossiacidi, e chetoacidi), nei trigliceridi degli oli vergini di oliva vengono transesterificati con benzilato sodico, estratti e determinati quantitativamente come derivati benzilesteri mediante HPLC con rivelatore UV a 255 nm.

5

APPARECCHIATURA

5.1

Cromatografo liquido ad alta prestazione (HPLC), munito di colonna (4,6 mm x 25 cm) a fase inversa RP18, del tipo Spherisorb ODS-2 5µm, 100 Å corredata di rivelatore spettrofotometrico UV a 255 nm e di integratore. Temperatura ambiente.

L'eventuale esigenza di registrare gli spettri per un tentativo di identificazione è facilitata dall'uso di un rivelatore a fotodiodi con range di acquisizione da 200 nm a 400 nm.

5.2

Matracci da 25 ml e 50 ml Classe A.