

# Indice

Pagina

<b>INTRODUZIONE .....</b>	<b>1</b>
<b>1 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE.....</b>	<b>3</b>
<b>2 RIFERIMENTI NORMATIVI.....</b>	<b>3</b>
<b>3 TERMINI E DEFINIZIONI.....</b>	<b>3</b>
<b>4 PRINCIPIO .....</b>	<b>3</b>
<b>5 REAGENTI.....</b>	<b>3</b>
5.1 Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> (Sodio Solfito) (purezza ≥ 98 %) .....	3
5.2 Preparazione della soluzione “stock” .....	4
5.3 Preparazione delle fasi mobili.....	4
<b>6 APPARECCHIATURA .....</b>	<b>4</b>
<b>7 Analisi cromatografica .....</b>	<b>5</b>
<b>8 CAMPIONAMENTO .....</b>	<b>5</b>
<b>9 PROCEDIMENTO.....</b>	<b>6</b>
9.1 Preparazione del campione per l’analisi .....	6
9.2 Controllo di qualità .....	6
<b>10 ESPRESSIONE DEI RISULTATI.....</b>	<b>6</b>
10.1 Valutazione qualitativa.....	6
10.2 Valutazione quantitativa.....	6
<b>11 Rapporto di prova .....</b>	<b>7</b>
<b>APPENDICE A (informativa) Studio di validazione.....</b>	<b>8</b>
<b>APPENDICE B (informativa) Validazione interlaboratorio.....</b>	<b>11</b>
<b>APPENDICE C (informativa) Proficiency Test.....</b>	<b>13</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>14</b>

QUESTO DOCUMENTO È UNA PREVIEW. RIPRODUZIONE VIETATA

## INTRODUZIONE

Gli agenti solfitanti (o solfiti) sono additivi alimentari classificati dall'Unione Europea nella categoria dei conservanti, ed ammessi, con specifiche restrizioni, per il trattamento di alcuni prodotti alimentari. La funzione di questi additivi è caratteristica per quanto concerne la lavorazione dei mosti al fine di ottenere una corretta selezione della microflora endogena ed un adeguato controllo delle fermentazioni. Per quanto riguarda gli altri prodotti alimentari e le bevande analcoliche, la funzione degli agenti solfitanti può essere quella di conservante, in quanto risultano particolarmente attivi nei confronti dei batteri acetici, malolattici e delle muffe (*Aspergillus*, *Penicillium* ed *Alternaria*), e/o quella di antiossidante. Proprio quest'ultima potenzialità degli agenti solfitanti può essere sfruttata illecitamente nel trattamento di solfitazione delle preparazioni a base di carni fresche macinate (salsicce fresche, hamburger, carni trite, ecc.). Infatti, negli ultimi anni, sono stati accertati numerosi casi di trattamento di questi prodotti con agenti antiossidanti, tra cui solfiti. I solfiti sono inoltre largamente impiegati per il trattamento autorizzato di alcuni prodotti della pesca, come ad esempio i crostacei, al fine di evitare la formazione dei cosiddetti "black spot", ovvero delle macchie nere sul prodotto causate dal contatto con il ghiaccio. A questo proposito, la legge definisce limiti massimi di impiego.

QUESTO DOCUMENTO È UNA PREVIEW. RIPRODUZIONE VIETATA

## 1 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

Il presente documento specifica un metodo per la determinazione di anidride solforosa e dei suoi sali mediante cromatografia liquida a scambio ionico abbinata alla rivelazione elettrochimica conduttimetrica. Il metodo è applicabile a tutte le tipologie di prodotti a base di carne sia freschi che trasformati, ed ai prodotti della pesca.

## 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 CEI EN ISO/IEC 17043, *Valutazione della conformità - Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio*

## 3 TERMINI E DEFINIZIONI

Ai fini del presente documento si applicano i termini e le definizioni seguenti:

### 3.1

#### **anidride solforosa:**

Modalità di espressione della concentrazione totale di solfiti presenti nel campione al momento dell'analisi; mg anidride solforosa/kg di campione (nella sola parte edibile)

### 3.2

#### **solfiti:**

Sostanza ionica estratta dal campione, separata cromatograficamente e quantificata mediante rivelatore conduttimetrico

## 4 PRINCIPIO

Lo ione solfito viene estratto dalla matrice mediante separazione solido/liquido in agitazione magnetica, impiegando un'opportuna miscela di estrazione a base di fruttosio ed idrossido di sodio in acqua (di seguito denominata soluzione "stock"), in grado di rallentarne significativamente l'ossidazione a ione solfato. La stessa soluzione viene impiegata anche per la preparazione delle soluzioni standard. La separazione cromatografica si ottiene mediante meccanismo di scambio anionico impiegando due fasi mobili una base di carbonato di sodio ed idrossido di sodio, l'altra a base di solo carbonato di sodio a più elevata concentrazione. La quantificazione viene effettuata mediante retta di calibrazione a 5 livelli.

## 5 REAGENTI

Usare solo reagenti di qualità analitica riconosciuta. L'acqua ultrapura deve avere una resistenza minima pari a 18.2 MΩ ed essere microfiltrata.

### 5.1 Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (Sodio Solfito) (purezza ≥ 98 %)

**5.1.1** Preparazione della soluzione standard di solfiti 1000 mg/L e degli standard di calibrazione. Disciogliere e portare a volume in matraccio tarato da 50 mL 0.078 g di Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> utilizzando la soluzione "stock" come solvente. Preparare le 5 soluzioni standard di solfiti alle concentrazioni: 1; 2.5; 5; 10; 20 mg/L, portando a volume in matracci tarati da 50 mL, sempre con soluzione stock, rispettivamente: 50; 125; 250; 500; 1000 µL di soluzione standard solfiti 1000 mg/L. Gli standard non vengono conservati,