

Migrazione di formaldeide da stoviglie di melammina: metodi a confronto



O. Panico, G. Padula, V. Mannoni, A. Maggio, M. R. Milana

Istituto Superiore di Sanità, Reparto Esposizione e rischio da Materiali- V.le Regina Elena 299, 00161 Roma, Italy

Introduzione

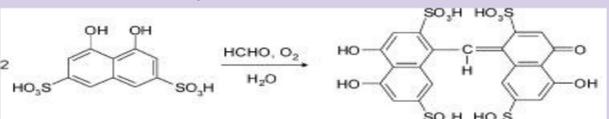
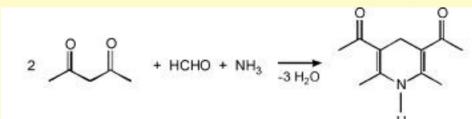
Il fenomeno della migrazione di formaldeide da stoviglie di melammina, è ormai noto e soggetto ad attività di monitoraggio internazionale; è necessario quindi che i risultati dei test di migrazione siano affidabili e confrontabili indipendentemente dal metodo analitico utilizzato per la determinazione della formaldeide migrata. Il metodo UNI CEN/TS 13130-23:2006 presenta due metodi analitici basati entrambi su una reazione colorimetrica della formaldeide a formare dei complessi colorati determinati spettrofotometricamente; l'analisi quantitativa viene effettuata mediante calibrazione esterna. Il lavoro qui presentato illustra la determinazione di formaldeide migrata da uno stesso oggetto in melammina, ma effettuata con entrambi i metodi, paragonandone non solo i risultati analitici, ma anche i parametri non quantificabili ma essenziali per l'efficienza di un laboratorio, quali la manipolazione richiesta, l'uso di reattivi pericolosi, i costi in termini di tempo e personale, i vantaggi e svantaggi di ognuno dei due metodi. L'osservazione fornisce indicazioni utili per i laboratori coinvolti nel controllo ufficiale dei prodotti alimentari per il settore dei MOCA.

Fasi del lavoro

Articoli realizzati in melammina sono stati sottoposti a prove di migrazione di FA; trattandosi di oggetti per uso ripetuto, sono stati effettuati tre contatti successivi con acido acetico al 3% (2 h @ 70° C) per simulare il contatto breve con cibi caldi Regolamento (UE) N. 10/2011 e succ. agg; la conformità al LMS di FA è stata valutata sul simulante proveniente dal 3° attacco. In fig. 1 è riportata una tabella riassuntiva che mette a confronto i due metodi spettrofotometrici riportati nella UNI CEN/TS 13130-23:2006: metodo con acido cromotropico (metodo UV1) e metodo con acetilacetone (metodo UV2).



Fig. 1: confronto tra i due metodi

	Metodo 1 (acido cromotropico)	Metodo 2 (acetil acetone)
principio del metodo	<p>La FA reagisce con acido cromotropico (acido 1,8 - diidrossinaftalene - 3,6- disolfonico) in ambiente acido (H₂SO₄ conc.) per formare un colorante azoico che impartisce alla soluzione una colorazione viola</p> 	<p>La FA reagisce con acetil acetone (pentan-2,4-dione) in presenza di ammonio acetato per formare 3,5-diacetil-1,4-diidrotoluidina che impartisce alla soluzione una colorazione gialla</p> 
preparazione del reattivo	<ul style="list-style-type: none"> - sciogliere 500 mg di sale disodico (diidrato) dell'acido cromotropico) in 100mL di acqua deionizzata 	<ul style="list-style-type: none"> - sciogliere 15 g di ammonio acetato in un pallone da 100 mL contenente circa 75 mL di acqua deionizzata - aggiungere 0.2 mL di acetil acetone (AcAc) e 0.3 mL di acido acetico, portando a volume con acqua deionizzata Il pH della soluzione dovrebbe essere approssimativamente 6.4
derivatizzazione del campione	<ul style="list-style-type: none"> - trasferire 1,0 mL di simulante alimentare (ac. acetico 3%),proveniente dal contatto con l'articolo in melammina, in un tubo da 12 mL - aggiungere 1,0 mL acido cromotropico 0,5% - aggiungere 8,0 mL acido solforico 75% - agitare tutti i tubi in Vortex e porli in bago termostatico 20min @ 60C - lasciar raffreddare a temperatura ambiente 	<ul style="list-style-type: none"> - trasferire 5,0 mL di simulante alimentare (ac. acetico 3%), proveniente dal contatto con l'articolo in melammina, in una beuta da 50 mL - aggiungere 20,0 mL di acqua deionizzata e 5 mL di reattivo AcAc - immergere la beuta in bagno termostatico 10 minuti @ 60° C - raffreddare la soluzione per 2 minuti in bagno di acqua e ghiaccio
determinazione spettrofotometrica	<p>l'assorbanza della soluzione viene misurata alla lunghezza d'onda di 574 nm. La quantità di FA deve essere determinata contro una retta di taratura esterna</p>	<p>l'assorbanza della soluzione viene misurata alla lunghezza d'onda di 410 nm. La quantità di FA deve essere determinata contro una retta di taratura esterna</p>
svantaggi/vantaggi	<ul style="list-style-type: none"> ☹ scarsa stabilità del reattivo (la soluz. va preparata al momento) ☹ manipolazione di sostanze pericolose (ac. solforico conc. 75%) ☹ possibili interferenze: la reazione è data da tutti i composti che in condizioni acide liberano formaldeide (es. composti che contengono le funzioni: O-CH₂-O; O-CH₂-S; N-CH₂-N), quali sostanze organiche e forti ossidanti (la reazione specifica per la formaldeide quando il pH è < 1,0) 😊 la colorazione delle soluzioni derivatizzate è abbastanza stabile 😊 tempi di lettura spettrofotometrica: ragionevoli 	<ul style="list-style-type: none"> ☹ scarsa stabilità del reattivo (la soluz. va preparata al momento) 😊 nessuna manipolazione di sostanze pericolose 😊 interferenze pressoché nulle da parte di altre sostanze ☹ la colorazione delle soluzioni derivatizzate non è stabile ☹ tempi di lettura spettrofotometrica: molto stringenti (deve essere effettuata entro <u>25 minuti</u> dal momento in cui la soluzione è posta a raffreddare in acqua e ghiaccio

Conclusioni

La determinazione di FA risulta comparabile tra i due metodi per ciò che concerne il limite di rivelabilità, la ripetibilità, il recupero e la migrazione di formaldeide. Pertanto, i due metodi risultano intercambiabili dal punto di vista quantitativo. Il metodo con acetilacetone risulta meno interferito e altamente sensibile per formaldeide, oltre che più agevole e friendly per l'operatore; tuttavia, i tempi stringenti entro cui fare la lettura spettrofotometrica rendono problematica la determinazione di più campioni

Bibliografia: Reg. (UE) n.10/2011, UNI CEN/TS 13130-23:2006