

All'attenzione del  
**Pastificio Graziano**  
**Contrada Starze snc**  
**83030 Manocalzati (AV)**

**Oggetto: Determinazione quantitativa di metalli e di glifosato in campioni di Semola di Grano Duro**

L'analisi è stata effettuata presso i laboratori del Dipartimento di Chimica e Biologia "A. Zambelli" dell'Università degli Studi di Salerno in via Giovanni Paolo II, 132, Fisciano (SA), utilizzando uno spettrometro di emissione al plasma (ICP-OES) modello Optima 7000 DV (Perkin Elmer) in dotazione al suddetto Dipartimento per la determinazione dei metalli.

La determinazione del glifosato è stata effettuata utilizzando una apparecchiatura HPLC Thermo Spectra System configurata con una unità pompe (P2000), autocampionatore (AS3000), rilevatore UV (UV2000) e fluorimetro (FL3000) in dotazione al suddetto Dipartimento.

L'indagine è stata effettuata su 4 campioni di semola di grano duro extra 100% italiano denominati dal richiedente:

Nome	Numero di Lotto
<b>Mininni Semola di Grano duro 100% ITA S2P13</b>	<b>100220</b>
<b>Mininni Semola di Frumento Duro NP13</b>	<b>10/03/20</b>
<b>Mininni Semola di Frumento Duro NP13</b>	<b>06/04/20</b>
<b>Resce Semola di Grano Duro</b>	<b>XBIT 100120</b>

***Determinazione dei metalli***

Per la determinazione dei metalli ogni campione è stato sottoposto a mineralizzazione tramite attacco acido a caldo in sistema aperto. Ad 1.0 g di campione sono stati aggiunti 2 mL di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) e poi 8 ml di HNO<sub>3</sub> concentrato (65%). La soluzione è stata riscaldata su piastra a 80°C per quattro ore. Dopo raffreddamento, la soluzione è stata filtrata su filtri H-PTFE 0.20 µm e portata a volume con acqua bidistillata (10 mL).

I metalli sono stati determinati usando il metodo della calibrazione esterna impiegando una soluzione multielemento certificata opportunamente diluita. La retta di calibrazione è stata calcolata su 4 punti.

Per ogni campione sono stati analizzati i seguenti metalli:

Argento (Ag), Alluminio (Al), Bario (Ba), Cadmio (Cd), Calcio (Ca), Cesio (Cs), Cobalto (Co), Cromo (Cr), Rame (Cu), Ferro (Fe), Litio (Li), Magnesio (Mg), Manganese (Mn), Molibdeno (Mo), Nichel (Ni), Piombo (Pb), Potassio (K), Stronzio (Sr), Vanadio (V), Zinco (Zn).

In tabella sono riportati i valori di concentrazione dei metalli analizzati espressi in mg/Kg (ppm).

	<b>100220</b>
<b>Metalli</b>	<b>Concentrazione mg/Kg</b>
<b>Ag</b>	$\leq 0.1$
<b>Al</b>	$0.89 \pm 0.02$
<b>Ba</b>	$0.45 \pm 0.01$
<b>Cd</b>	$\leq 0.1$
<b>Ca</b>	$105.8 \pm 1.0$
<b>Cs</b>	$\leq 0.1$
<b>Co</b>	$\leq 0.1$
<b>Cr</b>	$\leq 0.1$
<b>Cu</b>	$1.18 \pm 0.01$
<b>Fe</b>	$2.99 \pm 0.08$
<b>Li</b>	$\leq 0.1$
<b>Mg</b>	$168.9 \pm 1.6$
<b>Mn</b>	$2.75 \pm 0.03$
<b>Mo</b>	$0.09 \pm 0.01$
<b>Ni</b>	$\leq 0.1$
<b>Pb</b>	$\leq 0.1$
<b>K</b>	$1123 \pm 10$
<b>Sr</b>	$0.23 \pm 0.01$
<b>V</b>	$\leq 0.1$
<b>Zn</b>	$3.02 \pm 0.05$

	10/03/20
Metalli	Concentrazione mg/Kg
<b>Ag</b>	$\leq 0.1$
<b>Al</b>	$0.93 \pm 0.07$
<b>Ba</b>	$0.29 \pm 0.03$
<b>Cd</b>	$\leq 0.1$
<b>Ca</b>	$127.0 \pm 0.8$
<b>Cs</b>	$\leq 0.1$
<b>Co</b>	$\leq 0.1$
<b>Cr</b>	$\leq 0.1$
<b>Cu</b>	$1.18 \pm 0.14$
<b>Fe</b>	$3.66 \pm 0.11$
<b>Li</b>	$\leq 0.1$
<b>Mg</b>	$112.1 \pm 0.2$
<b>Mn</b>	$2.33 \pm 0.02$
<b>Mo</b>	$\leq 0.1$
<b>Ni</b>	$\leq 0.1$
<b>Pb</b>	$\leq 0.1$
<b>K</b>	$1011 \pm 7$
<b>Sr</b>	$0.31 \pm 0.03$
<b>V</b>	$\leq 0.1$
<b>Zn</b>	$3.33 \pm 0.10$

	06/04/20
Metalli	Concentrazione mg/Kg
<b>Ag</b>	$\leq 0.1$
<b>Al</b>	$1.54 \pm 0.08$
<b>Ba</b>	$0.49 \pm 0.06$
<b>Cd</b>	$\leq 0.1$
<b>Ca</b>	$143.2 \pm 1.8$
<b>Cs</b>	$\leq 0.1$
<b>Co</b>	$\leq 0.1$
<b>Cr</b>	$\leq 0.1$
<b>u</b>	$1.82 \pm 0.04$
<b>Fe</b>	$4.41 \pm 0.12$
<b>Li</b>	$\leq 0.1$
<b>Mg</b>	$113.0 \pm 0.8$
<b>Mn</b>	$2.85 \pm 0.04$
<b>Mo</b>	$\leq 0.1$
<b>Ni</b>	$\leq 0.1$
<b>Pb</b>	$\leq 0.1$
<b>K</b>	$1171 \pm 4$
<b>Sr</b>	$0.24 \pm 0.02$
<b>V</b>	$\leq 0.1$
<b>Zn</b>	$4.01 \pm 0.31$

	<b>XBIT 100120</b>
<b>Metalli</b>	<b>Concentrazione mg/Kg</b>
<b>Ag</b>	$\leq 0.1$
<b>Al</b>	$1.21 \pm 0.04$
<b>Ba</b>	$0.51 \pm 0.01$
<b>Cd</b>	$\leq 0.1$
<b>Ca</b>	$147.7 \pm 0.9$
<b>Cs</b>	$\leq 0.1$
<b>Co</b>	$\leq 0.1$
<b>Cr</b>	$\leq 0.1$
<b>Cu</b>	$1.30 \pm 0.05$
<b>Fe</b>	$3.88 \pm 0.09$
<b>Li</b>	$\leq 0.1$
<b>Mg</b>	$123.7 \pm 0.2$
<b>Mn</b>	$3.03 \pm 0.11$
<b>Mo</b>	$\leq 0.1$
<b>Ni</b>	$\leq 0.1$
<b>Pb</b>	$\leq 0.1$
<b>K</b>	$971.1 \pm 8.9$
<b>Sr</b>	$0.19 \pm 0.03$
<b>V</b>	$\leq 0.1$
<b>Zn</b>	$3.77 \pm 0.24$

### *Determinazione del glifosato*

Ogni singolo campione è stato sottoposto al seguente processo di estrazione ed analisi. Ad un campione di 0.300 g vengono aggiunti 3 mL di una soluzione tampone  $H_3BO_3/Na_2B_4O_7$  (0.025 M) e lasciato in agitazione con una ancoretta magnetica per 30 minuti al termine dei quali la sospensione viene centrifugata. 0.500 mL di surnatante vengono asportati e addizionati ad ulteriori 0.500 mL della soluzione tampone. Infine, a questa miscela vengono aggiunti 0.500 mL di una soluzione 0.002 M di FMOC-Cl in Acetone. La reazione di derivatizzazione è lasciata procedere per 30 minuti al termine dei quali la soluzione viene filtrata su filtri H-PTFE 0.20  $\mu m$  e analizzata per via HPLC.

L'analisi viene condotta utilizzando come fase stazionaria una colonna: Waters  $NH_2$  con dimensioni 250 mm x 4.6 mm, come fase mobile: 50% Acetonitrile / 50% Acqua con  $KH_2PO_4$  0.05 M a pH= 6.0.

La corsa cromatografica è stata condotta con metodo isocratico a flusso di 1.0 mL/min (Temperatura ex: 30°C, Volume iniettato: 100  $\mu L$ ,  $\lambda_{ex}$ =206 nm e  $\lambda_{em}$ =320 nm).

Il glifosato è stato determinato impiegando il metodo della calibrazione esterna su 4 punti fino ad un limite di rilevabilità (**LOD**: limit of detection) di 10  $\mu g/L$  (ppb).

<b>Lotto</b>	<b>Glifosato</b>
<b>100220</b>	< LOD
<b>10/03/20</b>	< LOD
<b>06/04/20</b>	< LOD
<b>XBIT 100120</b>	< LOD

Fisciano, 24 Giugno 2020

Prof. dr. Carmine Gaeta

