

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 5 campioni di semola di grano duro extra 100% italiano consegnati direttamente dal richiedente e denominati:

Nome	Numero di Lotto
Industria Molitoria Mininni s.r.l. Semola di Grano Duro 100% ITA - S2P13	L270219
Semola di Grano Duro 100% Italiana	L040419
Resce Integrale	L040419
Resce Semola di Grano Duro Integrale	L080419
Resce Semola di Grano Duro Integrale	L040419

Determinazione dei metalli

Per la determinazione dei metalli il 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 H₂O₂ (30%) e poi 8 ml di HNO₃ 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 5 punti.

Per ogni campione sono stati analizzati i seguenti metalli:

Argento (Ag), Arsenico (As), Alluminio (Al), Bario (Ba), Cadmio (Cd), Calcio (Ca), Cobalto (Co), Cromo (Cr), Rame (Cu), Ferro (Fe), Litio (Li), Magnesio (Mg), Manganese (Mn), Nichel (Ni), Piombo (Pb), Selenio (Se), Stronzio (Sr), Titanio (Ti), Vanadio (V), Zinco (Zn).

In tabella sono riportati i valori di concentrazione dei metalli analizzati espressi in mg/L.

	L270219
Metalli	Concentrazione mg/L
Ag	≤ 0.01
Al	≤ 0.01
As	≤ 0.01
Ba	≤ 0.01
Ca	8.42 ± 0.17
Cd	≤ 0.01
Co	≤ 0.01
Cr	≤ 0.01
Cu	0.189 ± 0.002
Fe	0.329 ± 0.005
Li	≤ 0.01
Mg	11.39 ± 0.25
Mn	0.221 ± 0.003
Ni	≤ 0.01
Pb	0.095 ± 0.004
Se	0.134 ± 0.005
Sr	0.035 ± 0.001
Ti	≤ 0.01
V	≤ 0.01
Zn	0.837 ± 0.004

	L040419
Metalli	Concentrazione mg/L
Ag	≤ 0.01
Al	≤ 0.01
As	≤ 0.01
Ba	≤ 0.01
Ca	8.31 ± 0.12
Cd	≤ 0.01
Co	≤ 0.01
Cr	≤ 0.01
Cu	0.175 ± 0.004
Fe	0.153 ± 0.010
Li	≤ 0.01
Mg	11.16 ± 0.11
Mn	0.215 ± 0.005
Ni	≤ 0.01
Pb	0.077 ± 0.003
Se	0.023 ± 0.004
Sr	0.039 ± 0.001
Ti	≤ 0.01
V	≤ 0.01
Zn	0.856 ± 0.030

Integrale L040419	
Metalli	Concentrazione mg/L
Ag	≤ 0.01
Al	≤ 0.01
As	≤ 0.01
Ba	0.027 ± 0.010
Ca	9.94 ± 0.07
Cd	≤ 0.01
Co	≤ 0.01
Cr	≤ 0.01
Cu	0.314 ± 0.006
Fe	0.630 ± 0.006
Li	≤ 0.01
Mg	26.97 ± 0.54
Mn	$0.718 \pm$
Ni	≤ 0.01
Pb	0.087 ± 0.001
Se	0.039 ± 0.004
Sr	0.107 ± 0.004
Ti	≤ 0.01
V	≤ 0.01
Zn	2.139 ± 0.014

Integrale L080419	
Metalli	Concentrazione mg/L
Ag	≤ 0.01
Al	≤ 0.01
As	≤ 0.01
Ba	≤ 0.01
Ca	10.290 ± 0.27
Cd	≤ 0.01
Co	≤ 0.01
Cr	≤ 0.01
Cu	0.344 ± 0.004
Fe	0.722 ± 0.016
Li	≤ 0.01
Mg	30.60 ± 0.07
Mn	0.805 ± 0.028
Ni	≤ 0.01
Pb	0.057 ± 0.002
Se	0.017 ± 0.008
Sr	0.094 ± 0.003
Ti	≤ 0.01
V	≤ 0.01
Zn	2.424 ± 0.052

	Integrale L040419
Metalli	Concentrazione mg/L
Ag	≤ 0.01
Al	≤ 0.01
As	≤ 0.01
Ba	≤ 0.01
Ca	9.54 ± 0.26
Cd	≤ 0.01
Co	≤ 0.01
Cr	≤ 0.01
Cu	0.325 ± 0.012
Fe	0.642 ± 0.018
Li	≤ 0.01
Mg	29.51 ± 0.53
Mn	0.784 ± 0.018
Ni	≤ 0.01
Pb	0.075 ± 0.001
Se	0.026 ± 0.007
Sr	0.091 ± 0.002
Ti	≤ 0.01
V	≤ 0.01
Zn	2.310 ± 0.035

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 μm e analizzata per via HPLC.

L'analisi viene condotta utilizzando come fase stazionaria una colonna: Waters NH₂ 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 è stata condotta con metodo isocratico a flusso di 1.0 mL/min (Temperatura ex: 30°C, Volume iniettato: 100 µL, λ_{ex} =206 nm e λ_{em} =320 nm).

Il glifosato è stato determinato impiegando il metodo della calibrazione esterna su 5 punti fino ad un limite di rilevabilità (**LOD**: limit of detection) di 10 µg/L (ppb).

Lotto	Glifosato
L270219	< LOD
L040419	< LOD
Integrale L040419	< LOD
Integrale L080419	< LOD
Integrale L040419	< LOD

Fisciano, 10 Maggio 2018