

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

**Oggetto: Determinazione quantitativa di metalli e di glifosato in un campione di Semola**

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 1 campione di semola di grano duro denominato dal richiedente:

| Nome              | Numero di Lotto |
|-------------------|-----------------|
| Ambrosio 10/03/22 | LC 41003        |

***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.

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).

| Metalli | LC 41003             |
|---------|----------------------|
|         | Concentrazione mg/Kg |
| Ag      | $\leq 0.1$           |
| Al      | $0.21 \pm 0.02$      |
| Ba      | $\leq 0.1$           |
| Cd      | $\leq 0.1$           |
| Ca      | $203.4 \pm 1.5$      |
| Cs      | $\leq 0.1$           |
| Co      | $\leq 0.1$           |
| Cr      | $\leq 0.1$           |
| Cu      | $0.10 \pm 0.01$      |
| Fe      | $3.56 \pm 0.09$      |
| Li      | $\leq 0.1$           |
| Mg      | $141.0 \pm 0.7$      |
| Mn      | $0.27 \pm 0.04$      |
| Mo      | $\leq 0.1$           |
| Ni      | $\leq 0.1$           |
| Pb      | $\leq 0.1$           |
| K       | $342.9 \pm 9.7$      |
| Sr      | $\leq 0.1$           |
| V       | $\leq 0.1$           |
| Zn      | $3.51 \pm 0.12$      |

## ***Determinazione del glifosato***

Il campione è stato sottoposto al seguente processo di estrazione ed analisi. Al campione di 0.300 g vengono aggiunti 3 mL di una soluzione tampone  $\text{H}_3\text{BO}_3/\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (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  $\mu\text{m}$  e analizzata per via HPLC.

L'analisi viene condotta utilizzando come fase stazionaria una colonna: Waters  $\text{NH}_2$  con dimensioni 250 mm x 4.6 mm, come fase mobile: 50% Acetonitrile / 50% Acqua con  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  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  $\mu\text{L}$ ,  $\lambda_{\text{ex}}$ =206 nm e  $\lambda_{\text{em}}$ =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  $\mu\text{g/L}$  (ppb).

| <b>Lotto</b>    | <b>Glifosato</b> |
|-----------------|------------------|
| <b>LC 41003</b> | < LOD            |

*Fisciano, 24 Marzo 2022*

*Prof. Carmine Gaeta*