

All'attenzione del

Pastificio Graziano
Contrada Starze snc
83030 Manocalzati (AV)

Oggetto: Analisi quantitativa di metalli in una semola di GRANO duro rinfusa Lotto 01/09/18 (MININNI) mediante Spettrometria di emissione al plasma ad accoppiamento induttivo (ICP-OES) ed analisi Glifosato previa HPLC-UV

L'analisi è stata effettuata presso i laboratori del Dipartimento di Chimica e Biologia "A. Zambelli" dell'Università 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 ed un sistema HPLC system Jasco PU-2089 Plus e Jasco MD-2010 Plus multiwavelength detector.

L'indagine è stata effettuata su un campione di semola di frumento duro **Lotto 010918 (ditta MININNI)** consegnato direttamente da un rappresentante dell'azienda.

Il campione è stato inizialmente mineralizzato sottoponendolo ad attacco acido a caldo in sistema aperto. A tale scopo, ad 1g di campione sono stati aggiunti 2mL di H₂O₂ (30%) e poi 8 ml di HNO₃ concentrato (69%). La soluzione è stata riscaldata su piastra a 80°C per quattro ore. Dopo raffreddamento, la soluzione è stata centrifugata e portata a volume con acqua deionizzata (10 mL).

I metalli sono stati determinati usando il metodo della calibrazione esterna impiegando una soluzione multielemento certificata opportunamente diluita. Il limite di rilevabilità della metodica per i metalli analizzati è ≤ 0.01 mg/L. Sono stati analizzati i seguenti metalli:

Arsenico (As), Berillio (Be), Bismuto (Bi), Cadmio (Cd), Calcio (Ca), Cobalto(Co), Cromo (Cr), Rame (Cu), Ferro (Fe), Litio (Li), Magnesio (Mg), Manganese (Mn), Molibdeno (Mo), 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.

Metallo	Concentrazione (mg/L)	Nei limiti di legge
As	≤ 0.01	Si
Be	≤ 0.01	"
Bi	---	"
Ca	----	"
Cd	----	"
Co	----	"
Cr	0.08 ± 0.1	"
Cu	---	"
Fe	0.39 ± 0.1	"
Li	≤ 0.01	"
Mg	11.25 ± 0.1	"
Mn	0.14 ± 0.1	"
Mo	---	"
Ni	---	"
Pb	0.05 ± 0.1	"
Se	0.11 ± 0.1	"
Sr	≤ 0.01	"
Ti	≤ 0.01	"
V	≤ 0.01	"
Zn	----	"

La quantità di glifosato è stata determinata mediante l'utilizzo del metodo HPLC-DAD utilizzando come fase stazionaria una colonna: Dionex Ion Pac AS11 con dimensioni 250 mm X 2 mm, come fase mobile: CH₃OH/KH₂PO₄ 6mM pH= 2.0. La corsa è stata condotta con metodo isocratico a flusso di 0.25 ml/min. (Temperatura ex: 30°C, Volume iniettato: 10 µL, DAD: 205 nm. È stata analizzata una soluzione acquosa allo 0.3% del campione, filtrata su anotop da 0.2 mm prima dell' iniezione. In tabella sono riportati i valori di concentrazione riscontrati per il glifosato espressi in µg/L.

Sostanza attiva	Tipologia formulazione	Tecnica Strumentale	Concentrazione (µg/L)	Nei limiti di legge
Glifosato	Liquido	HPLC/DAD	≤ 0.01	SI

Fisciano, 14/09/2018

Prof Carmine Gaeta