



Thermo
SCIENTIFIC

Sicurezza alimentare
e difesa dell'autenticità
delle produzioni nazionali

Palermo, 17 Maggio
presso l'Orto Botanico

Spettrometria di Massa nella sicurezza alimentare
Dott. Giuseppe Avellone
Università di Palermo

TOSSICOLOGIA ALIMENTARE

CONTAMINANTI ALIMENTARI

Sostanze eterogenee dannose e normalmente estranee alla composizione dell'alimento

CONTAMINANTI BIOLOGICI

CONTAMINANTI CHIMICI



Possono anche provenire da prodotti *xenobiotici* aggiunti, volontariamente e non, agli alimenti durante la filiera di produzione: dall'ambiente in cui il prodotto è coltivato, allevato, trasformato, immagazzinato e conservato, distribuito e consumato.

CONTAMINANTI CHIMICI

- ❖ **Contaminanti industriali ed ambientali**
- ❖ **Metalli pesanti**
- ❖ **Residui e contaminanti prodotti durante la trasformazione e/o conservazione (la lavorazione, il trasporto o l'imballaggio)**
- ❖ **Pesticidi**
- ❖ **Farmaci di uso veterinario utilizzati impropriamente**
- ❖ **Additivi usati impropriamente**
- ❖ **Provenienti dalla degradazione degli alimenti in seguito a processi termici**
- ❖ **Intenzionalmente aggiunti ai prodotti**

CONTAMINANTI CHIMICI

AGENTE	FONTE PRINCIPALE	ALIMENTI ASSOCIATI
● PCB	Collanti, adesivi, trasformatori elettrici	Pesce, grassi animali
● Diossine	Sotto-prodotti	Pesce, grassi animali
● Mercurio	Industrie, fonti naturali	Pesce
● Piombo	Emissioni veicolari, smalti, vernici, saldature	Cibi in scatola, acqua
● Cadmio	Scarichi industriali, fonderie, fertilizzanti Rilascio accidentale	Cereali, molluschi
● Radionuclidi	Fertilizzanti	Pesce, funghi
● Nitrati / nitriti		Vegetali, acqua

SICUREZZA DAI CAMPI ALLA TAVOLA

La valutazione dei potenziali effetti tossici dei contaminanti alimentari è di fondamentale importanza per la tutela della salute umana

- Aspetti igienico-sanitari relativi all'alimento in tutte le fasi: produzione, lavorazione, confezionamento, distribuzione, deposito, vendita, etc.
- Attività di monitoraggio: controllo ufficiale per verificare il rispetto dei limiti esistenti per i contaminanti e l'efficacia delle misure di controllo messe in atto.



ENTI LEGISLATIVI E DI CONTROLLO



European Food Safety Authority



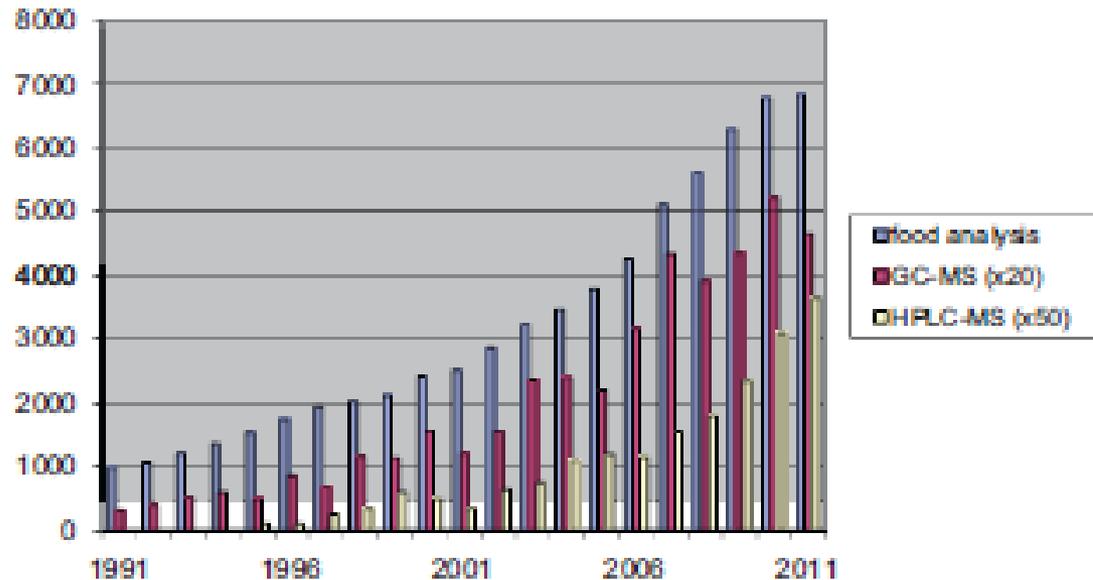
World Health Organization



**MINISTERO POLITICHE AGRICOLE
ALIMENTARI E FORESTALI**

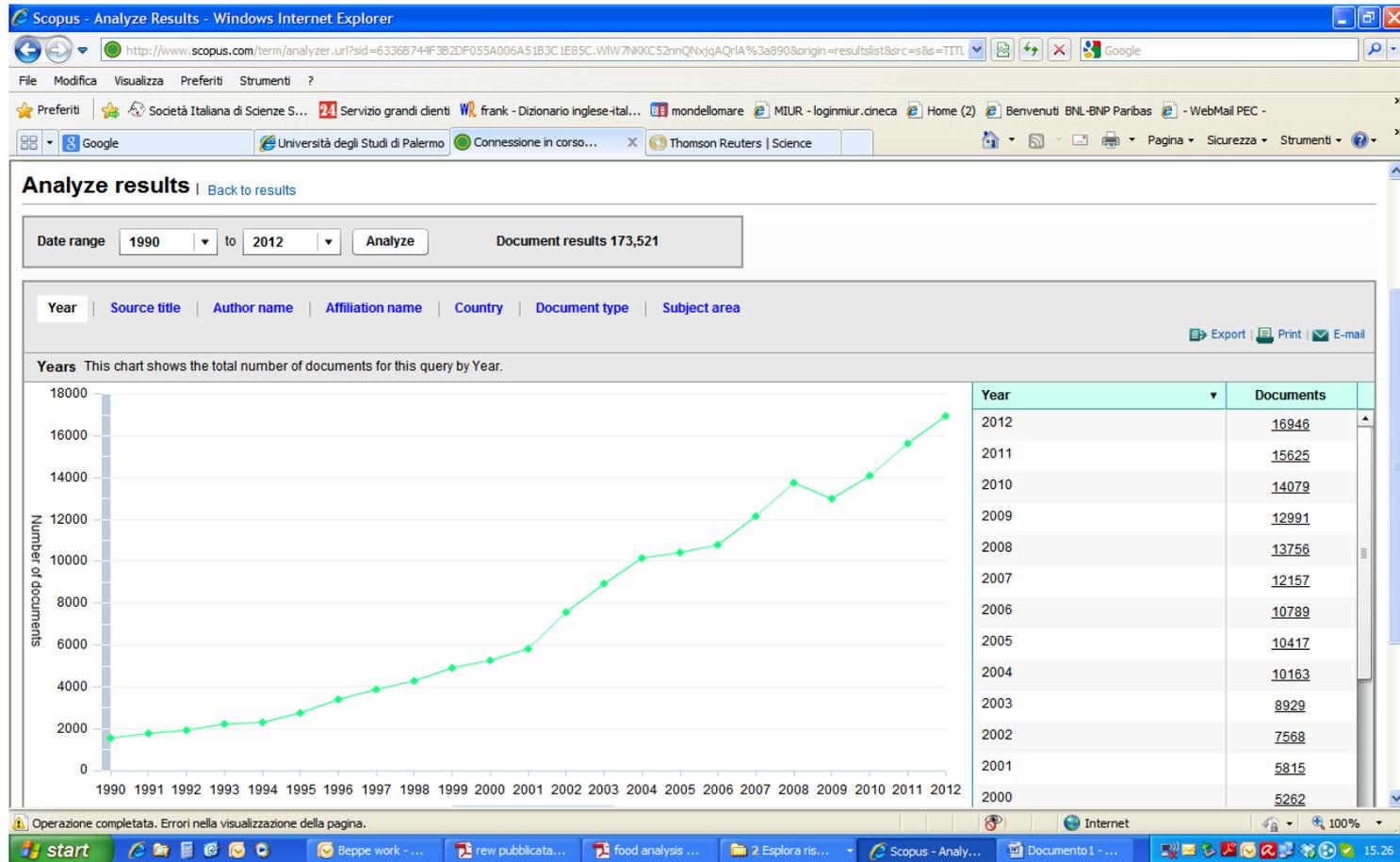


ANALISI SUGLI ALIMENTI



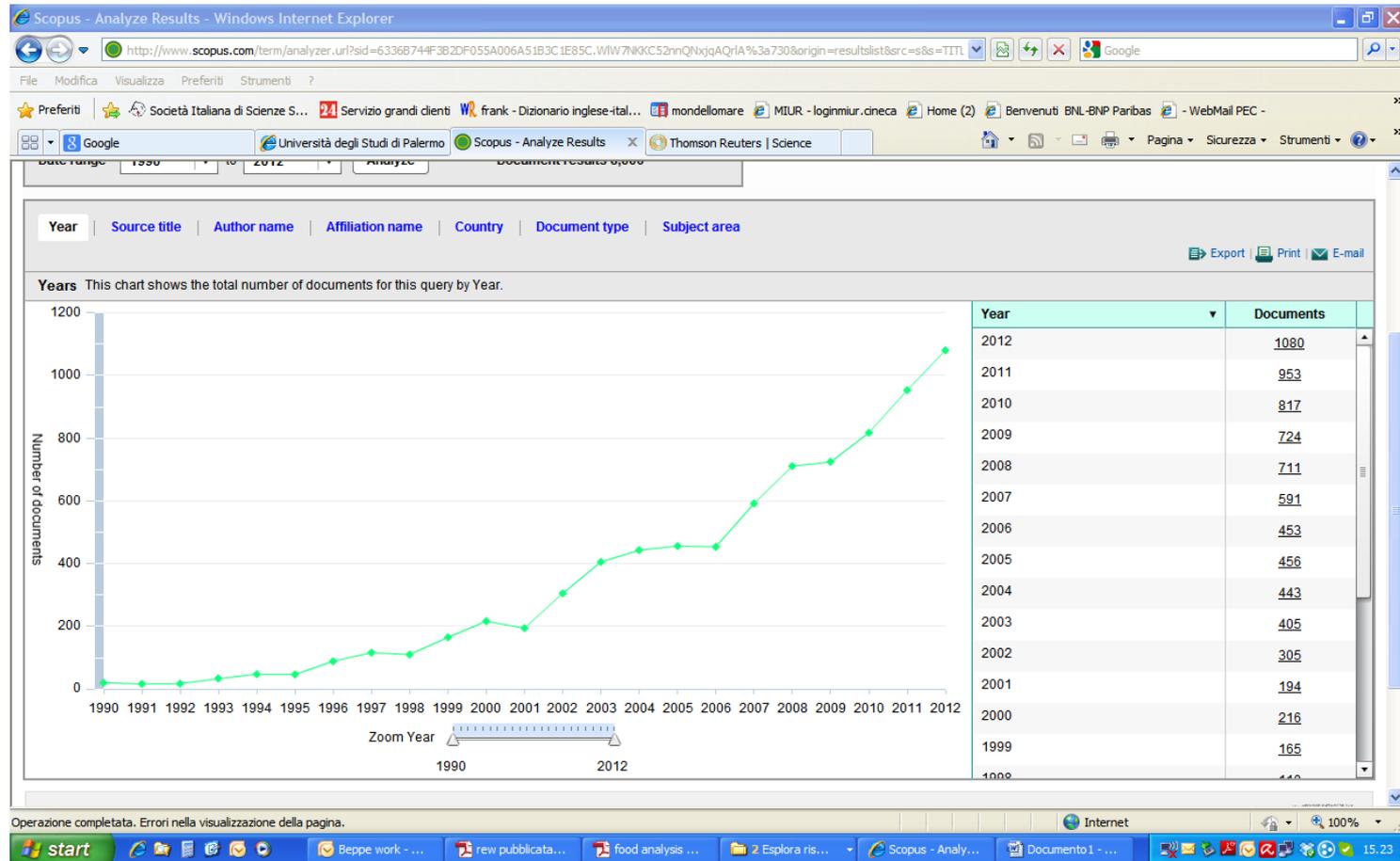
Data are based on the Web of Science database using the search term “food analysis”; and combined with (in an AND relationship) “GC–MS” and “HPLC–MS”, respectively.

ANALISI SUGLI ALIMENTI



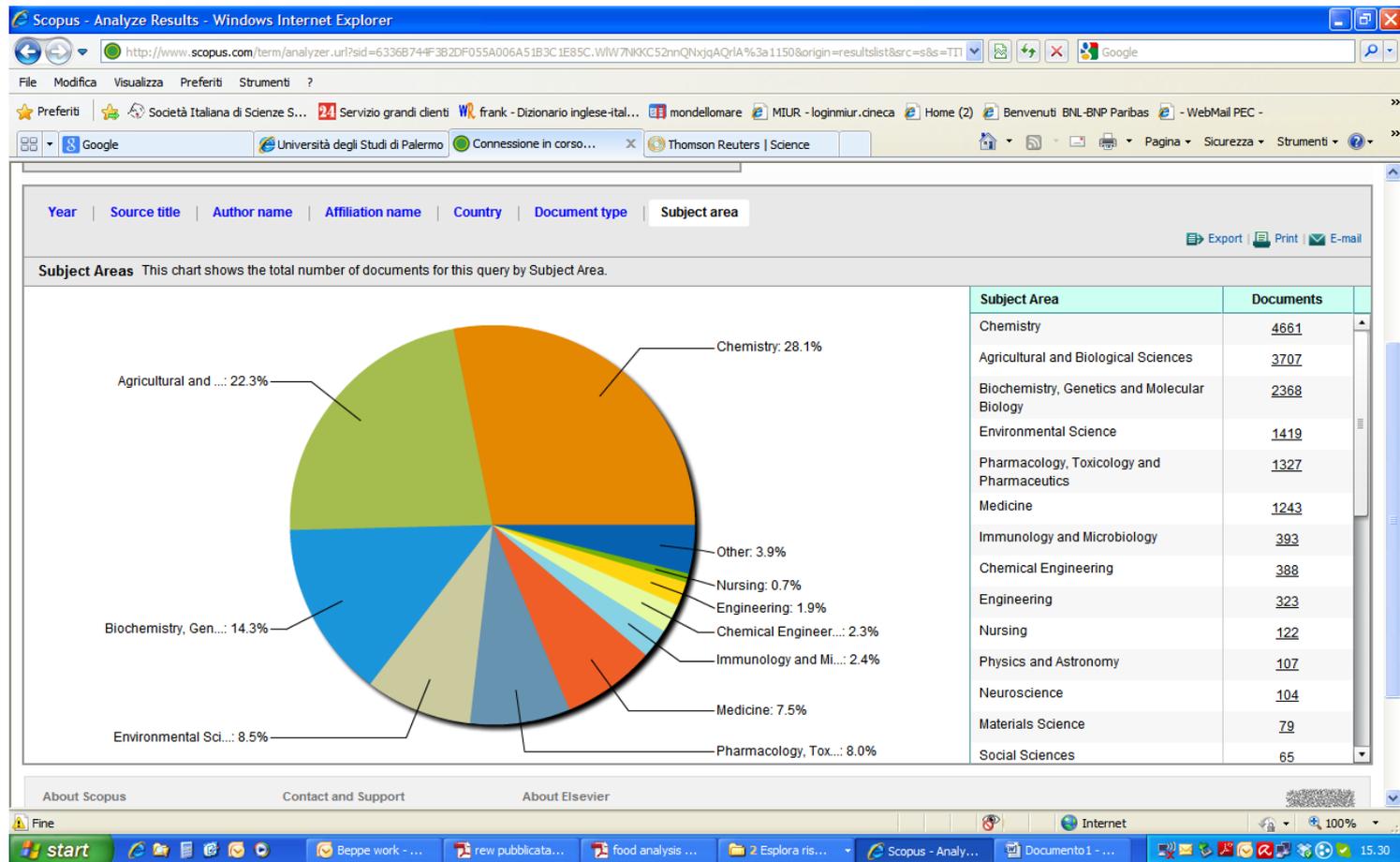
FOOD ANALYSIS 1990-2012
<http://www.scopus.com/home.url>

ANALISI SUGLI ALIMENTI



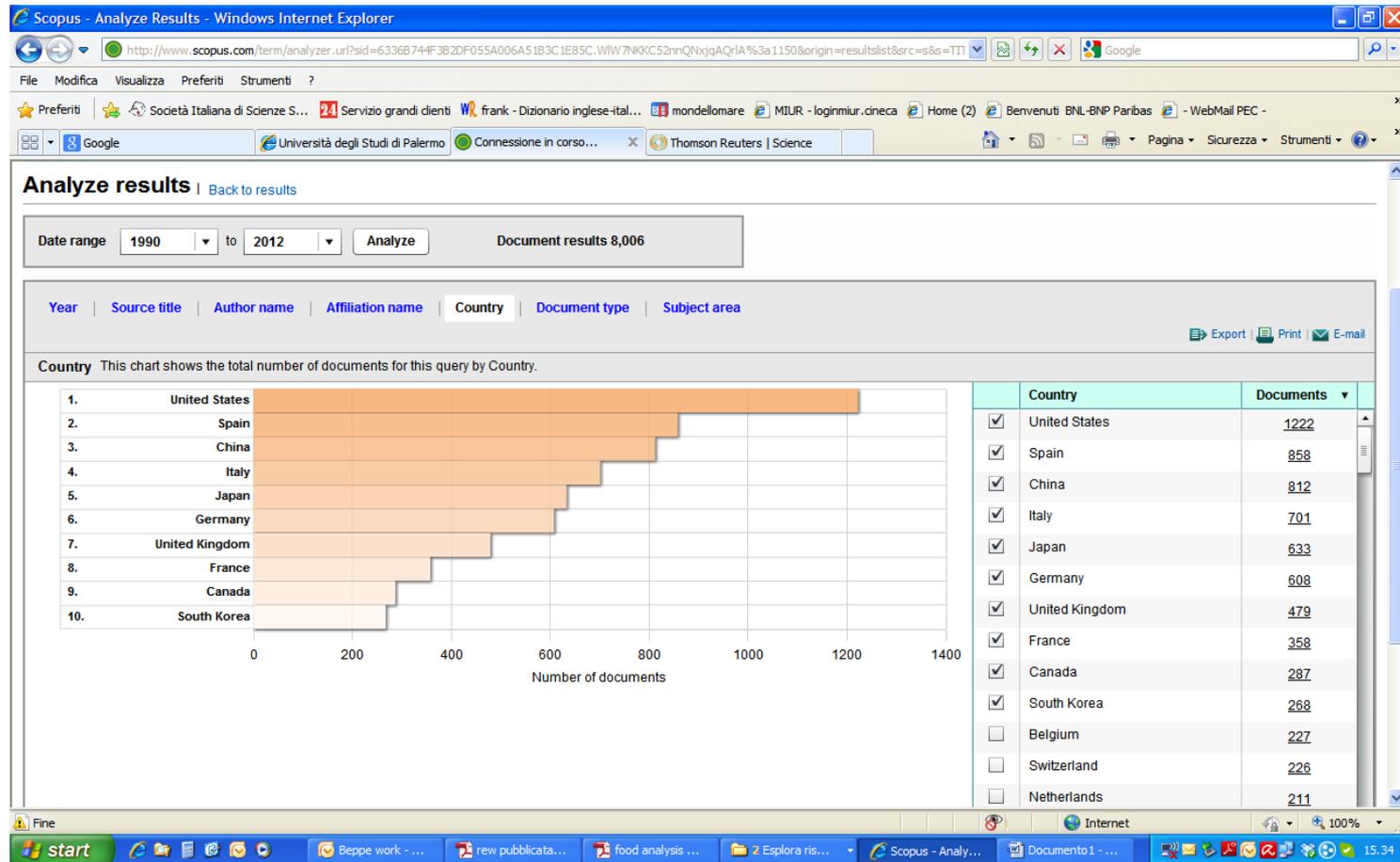
FOOD ANALYSIS BY MS 1990-2012
<http://www.scopus.com/home.url>

ANALISI SUGLI ALIMENTI



FOOD ANALYSIS BY MS 1990-2012
<http://www.scopus.com/home.url>

ANALISI SUGLI ALIMENTI



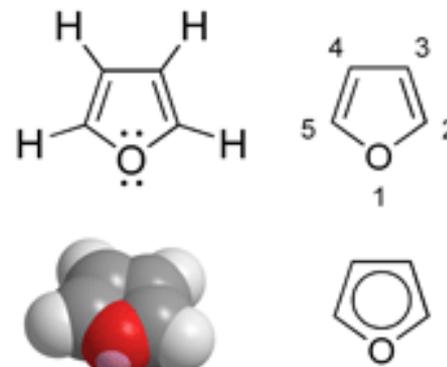
FOOD ANALYSIS BY MS 1990-2012
<http://www.scopus.com/home.url>

INDICE ESEMPI

- ✓ **Analisi Furano tramite HS-SPME-GC/MS;**
- ✓ **Analisi dei pesticidi in LC/HRMS quantificazione con massa accurata a 100K di risoluzione;**
- ✓ **Determinazione di melamina nel latte, in prodotti a base di latte ed in altri prodotti alimentari e bevande**

FURANO

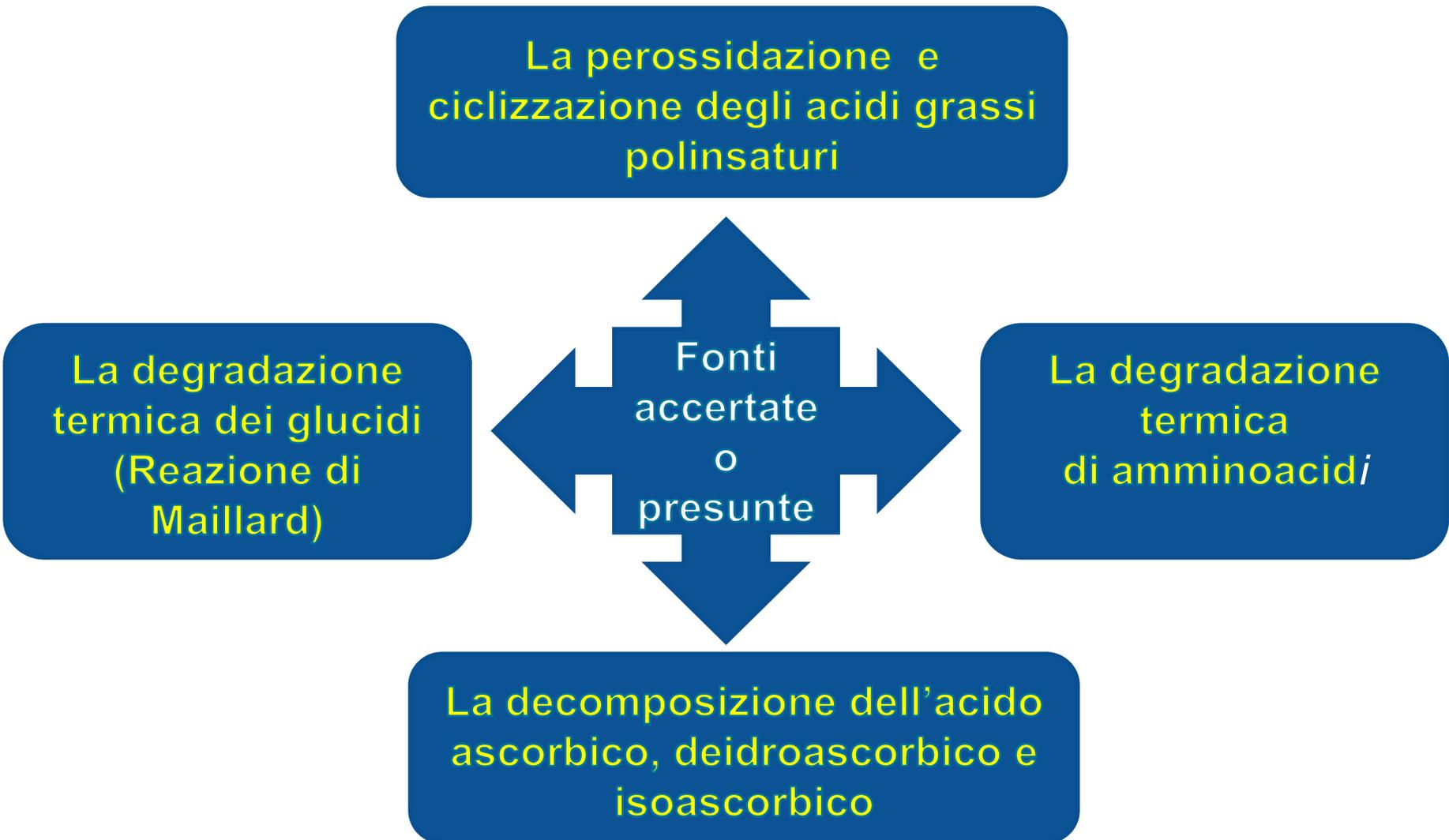
- Il Furano è un composto eterociclico aromatico a quattro atomi di carbonio, con un atomo di ossigeno e due doppi legami non sostituiti sull'anello.
- Ha un basso punto di ebollizione (31 °C), è liposolubile, a temperatura ambiente è liquido e incolore; è estremamente infiammabile e genera perossidi esplosivi al contatto con l'aria.



TOSSICITÀ DEL FURANO

- La presenza di furano negli alimenti potrebbe costituire un potenziale problema in quanto la molecola è tossica e sospetta di essere cancerogena,
- Maggio 2004: La US Food and Drug Administration (FDA) ne denuncia la presenza in alimenti in scatola, vasetti di vetro e bottiglia sottoposti a pastorizzazione o sterilizzazione;
- Settembre 2004: Anche la Autorità Europea per la Sicurezza Alimentare (EFSA) comincia ad interessarsi della questione affidando il compito di ulteriori valutazioni ed indagini agli esperti del Comitato Scientifico sui Contaminanti nella Filiera Alimentare (CONTAM) al fine di esprimere un parere;
- L' Agenzia Internazionale per la Ricerca sul Cancro (IARC) classifica il furano tra gli agenti potenzialmente cancerogeni per l'uomo (gruppo 2b: "possibly carcinogenic to humans")
- L'EFSA indica per l'assunzione di furano il principio ALARA (As Low Reasonably Possibile)

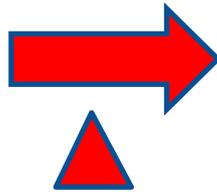
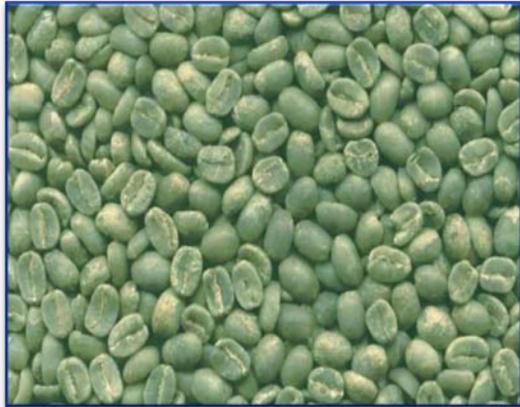
FORMAZIONE DI FURANO NEGLI ALIMENTI



FURANO NEL CAFFÈ

- L'indagine condotta dalla EFSA nel 2006 mise in evidenza alti livelli di furano nel caffè. Risultarono contaminati:
- 38 su 42 campioni di caffè preparato con diverse modalità, con concentrazioni di furano comprese tra 3 e 125 ng·g⁻¹;
- 19 campioni di caffè in polvere, presentavano concentrazioni comprese tra 239 e 5050 ngg⁻¹.
- Alti livelli di furano sono stati trovati nei chicchi di caffè tostato, probabilmente a causa del processo di tostatura

TORREFAZIONE



Si distinguono 4 fasi nel processo di torrefazione:

- 1. ESSICAZIONE (50- 55 °C)**
- 2. SVILUPPO DELL' IMBRUNIMENTO (100 °C)**
- 3. DECOMPOSIZIONE (180-200 °C)**
- 4. TOSTATURA PIENA (>200 C)**

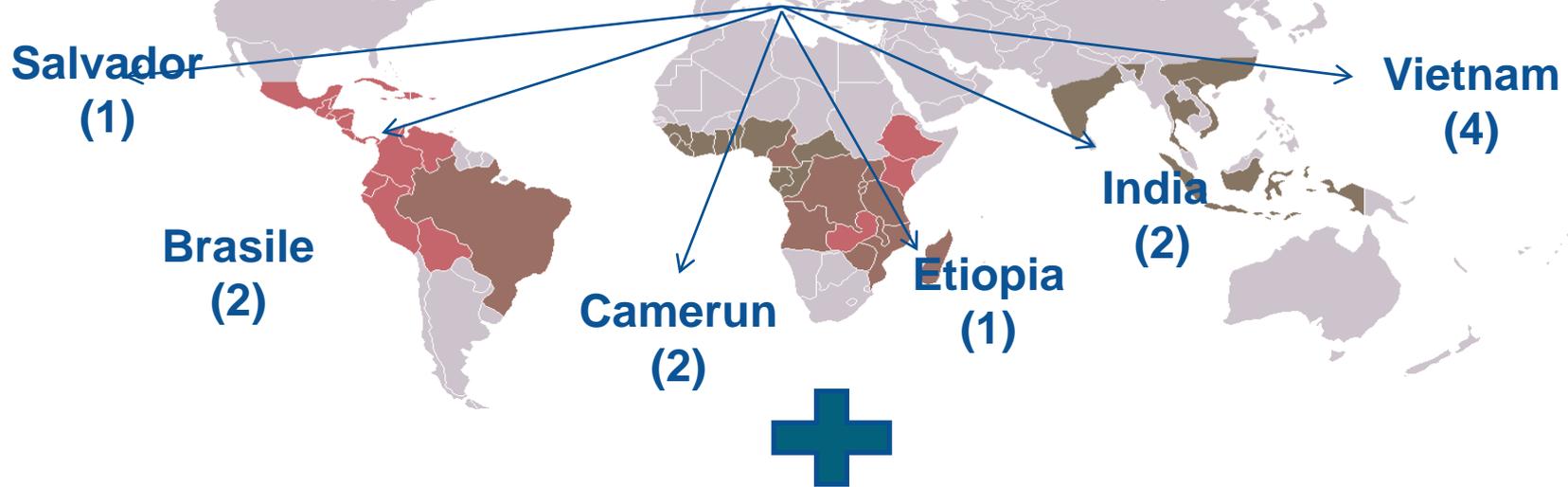
Il caffè torrefatto viene poi miscelato (in chicchi o macinato)

SCOPO DELLA RICERCA

- ❖ **Mettere a punto una metodica semplice, veloce, riproducibile e altamente sensibile per l'analisi del furano nel caffè tostato.**
- ❖ **Studiare l'influenza dei metodi di preparazione del caffè per accertare e valutare il contenuto finale del furano, come richiesto dagli organi preposti al controllo.**
- ❖ **HS-SPME-GC/MS**
- ❖ **Utilizzando come standard interno (SI) furano d₄**

CAMPIONI

12 lotti di 650 kg di caffè tostato proveniente da:



16 cialde composte da miscele di caffè derivate da 2 differenti lotti

I campioni studiati sono stati puliti, tostati, raffreddati, macinati.
La torrefazione è avvenuta a 200 °C per 3 minuti

ESTRAZIONE A FREDDO DALLA POLVERE DI CAFFÈ

**Estrazione con Agitazione
Magnetica (MAE)**



**20 g di caffè tostato macinato in
100 ml di acqua distillata posto
sotto agitazione magnetica per
20 minuti a 20 °C**

**Estrazione con Ultra-Suoni
(USE)**



**20 g di caffè tostato
macinato in 100 ml di
acqua distillata posto in
bagno di ultrasuoni per 10
minuti a 20 °C**

In entrambi i casi, 20 μ l della miscela è stata posta in un vial da 4 ml a cui sono stati aggiunti 10 μ l della soluzione contenente 0,6 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$ di furano d_4 e portato a 1,5 ml con acqua distillata

PREPARAZIONE DELLA BEVANDA DI CAFFÈ

Per infusione



- 10 g di caffè tostato macinato
- 100 ml di acqua calda.

Con la caffettiera



- 100 ml di acqua
- 20 g di caffè macinato
- Il preparato viene trasferito in un cilindro graduato da 100 ml, viene portato a livello con acqua e analizzato.

Con la macchina per l'espresso



Cialda di caffè da 7 g

- 20 μ l del filtrato
- 10 μ l della soluzione contenente $0,6 \text{ ng}\cdot\text{g}^{-1}$ di furano d_4

FORTIFICAZIONE DEI CAMPIONI

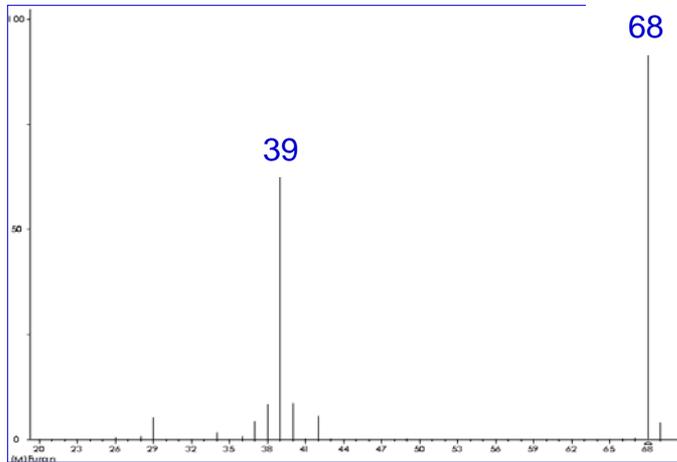
Sono stati eseguiti esperimenti di recupero aggiungendo a 20 g di caffè contenenti basse quantità di furano, 100 μ l della soluzione standard giornaliera, (preparata da un'appropriata diluizione della soluzione madre settimanale). I campioni addizionati venivano lasciati almeno 1 h a 4°C prima dell'estrazione. Al fine di studiare l'accuratezza e la riproducibilità del metodo nei diversi giorni, i campioni di caffè fortificati, venivano analizzati in triplo per 3 giorni.

PROCEDURA HS-SPME-GC/MS

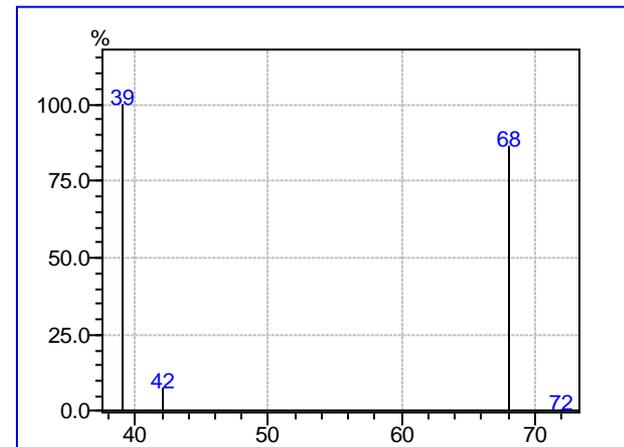
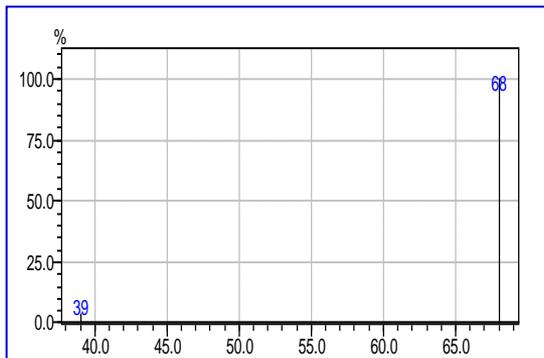
- **Fibra** 75 µm Carboxen/polimetilsilossano (CAR-PDMS)
- **Strumento** GC 2010 (Shimadzu, Milano, Italia) equipaggiato con uno spettrometro di massa GC-MS QP 2010 come rivelatore
- **Colonna** SGE BPX-VOL (30 m di lunghezza, 0,25 mm di ID, 1,4 µm di spessore del film) (SGE Europa, Villebon, Francia)
- **Gas carrier** Elio 0.95 ml/min
- **Programmata forno GC** 35 °C, mantenuta per 2 minuti, a 230 °C a 20 °C al minuto (<17 minuti)
- **Iniettore** 290 °C splitless (per 5 minuti).
- **Interfaccia e sorgente ionica** 220 e 250 °C rispettivamente
- **Spettrometro di Massa** Impatto Elettronico (EI) 35-100 amu a 0.73/s 70 eV , 250 uA

SPETTRI DI MASSA

Full Scan del Furano



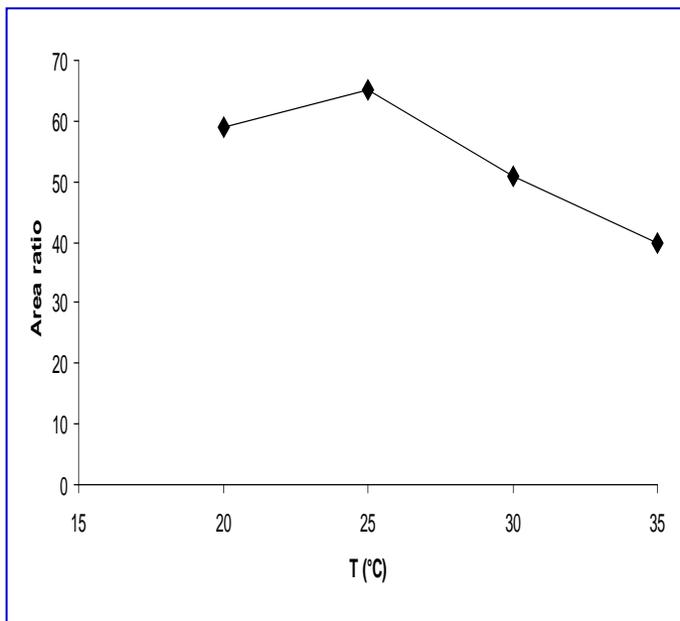
MODALITÀ SIM



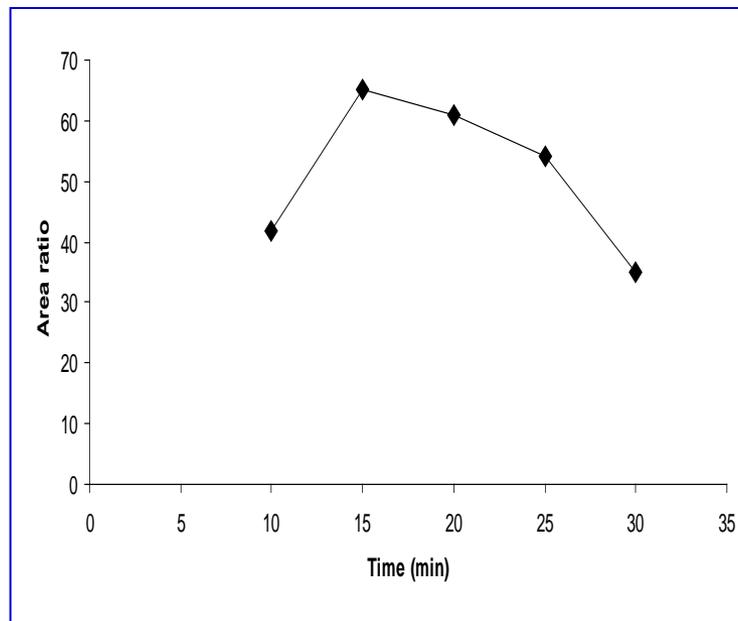
Nella modalità SIM è stata registrata la corrente dei seguenti ioni: m/z 68 $[M]^{+\bullet}$ e 39 $[M-CHO]^+$ per il furano, m/z 72 $[M]^{+\bullet}$ e 42 $[M-C^2HO]^+$ per il furano d_4 ;

OTTIMIZZAZIONE HS-SPME

TEMPERATURA DI ESTRAZIONE



TEMPO DI ESTRAZIONE



Condizioni sperimentali finali

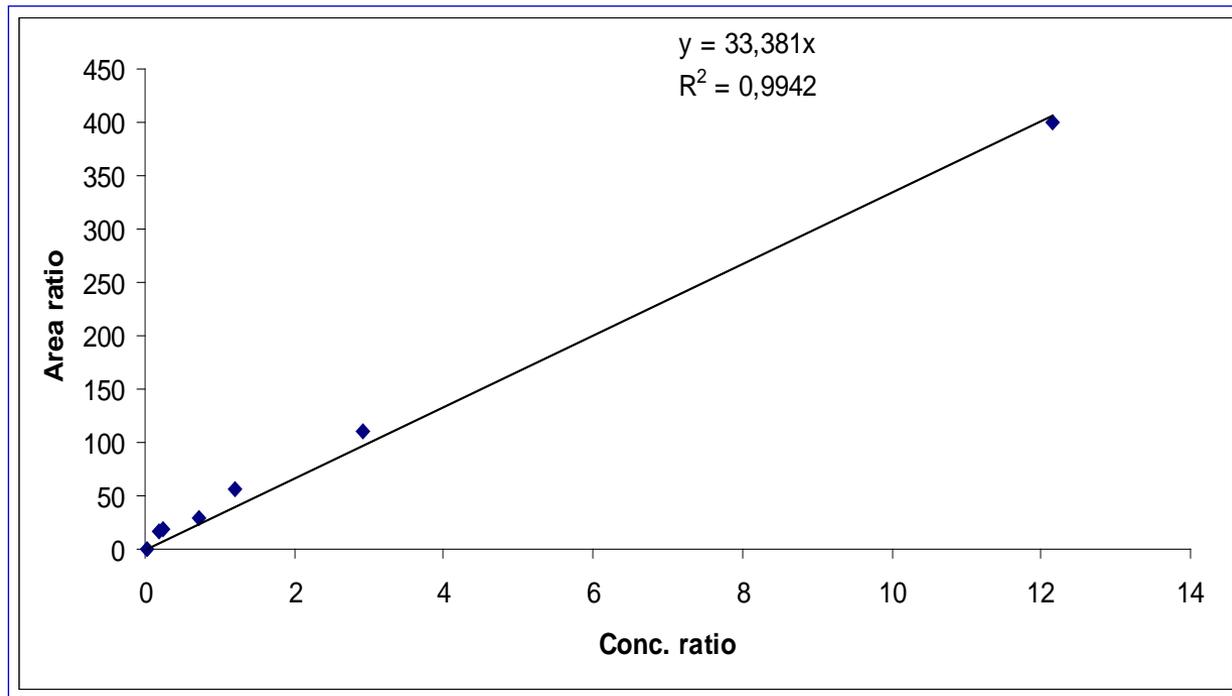
Tempo adsorbimento: 15' a 25 °C

NO NaCl

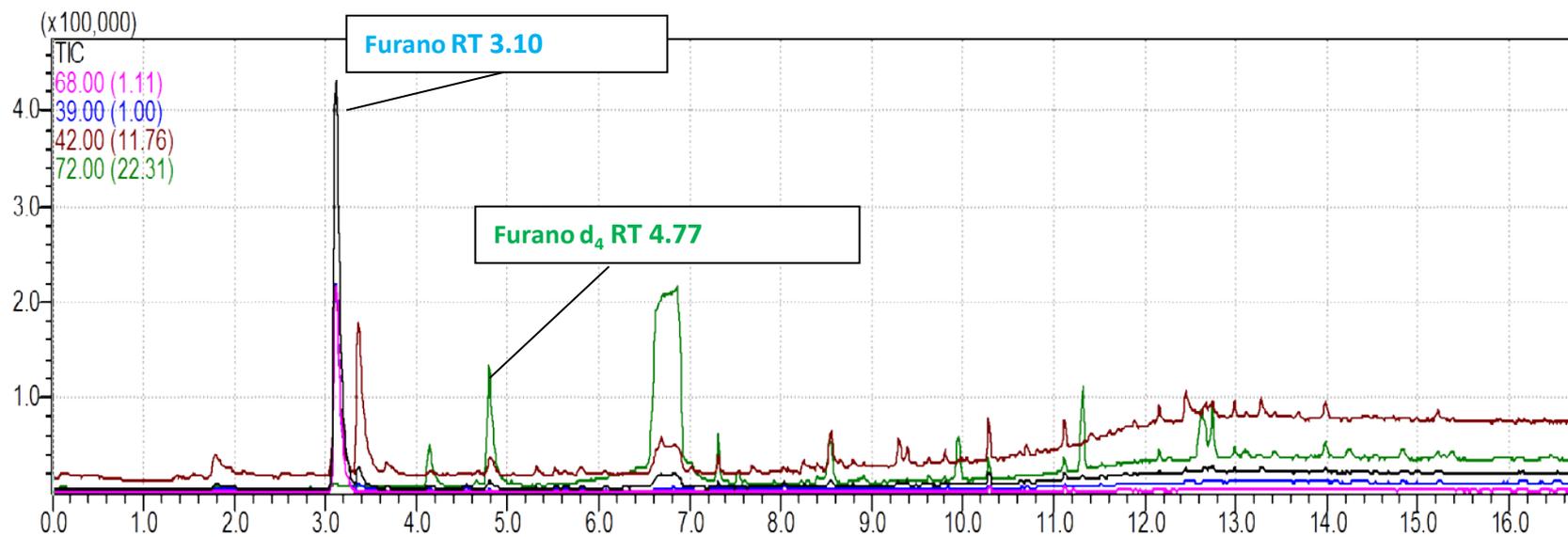
Tempo di desorbimento 5' a 290 °C splitless

L'ANALISI QUANTITATIVA

L'analisi quantitativa è stata effettuata col metodo dell'aggiunta dello standard interno deuterato, pertanto è stata costruita una curva di calibrazione calcolata con sette punti ($y=33.28x$; $R^2=0.994$) il range di linearità ottenuto è compreso tra 0.0075 e $0.486 \text{ ng}\cdot\text{g}^{-1}$



CROMATOGRAMMA



CONVALIDA DEL METODO

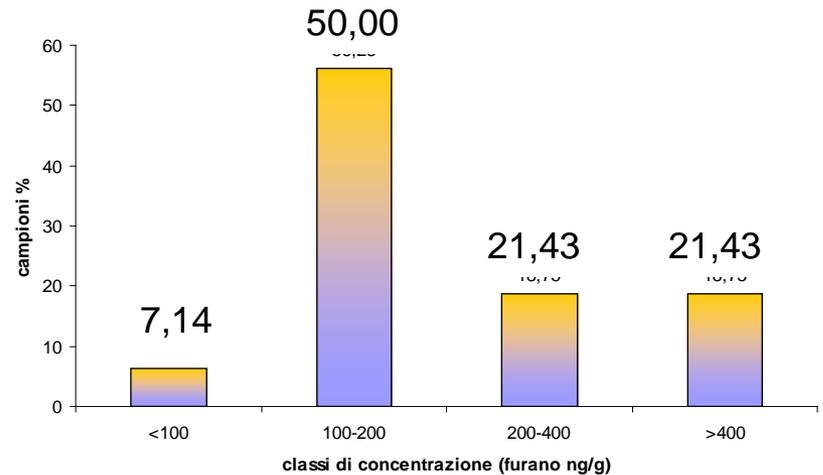
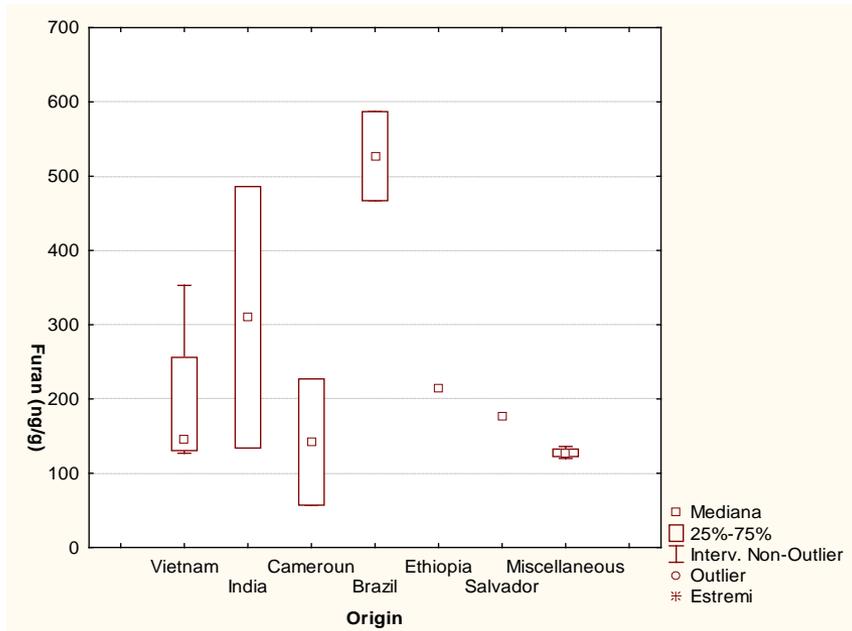
Furano Già presente nel campione (ng·g ⁻¹)	Furano Aggiunto (ng·g ⁻¹)	Furano Estratto (ng·g ⁻¹)	Rec% USE	Rec% MAE
60	30	90	93.1±3.6	92.5±3.0
60	60	120	93.0±4.0	92.5±3.3
60	90	150	101.8±5.7	98.8±4.5

*L'accuratezza è stata determinata eseguendo prove di recupero su un campione di caffè fortificato con furano

**La riproducibilità è stata determinata eseguendo l'estrazione e l'analisi dello stesso campione di caffè per tre giorni consecutivi

Precisione (RSD%, =9)	8%
Accuratezza (REC%)*	93-102%
Riproducibilità**	10%
LOD (S/N=3) (pg/g)	0.002
LOQ (S/N=10) (pg/g)	0.006

FURANO NEI CAMPIONI DI CAFFÈ



EFFETTO DELLE PROCEDURE DI PREPARAZIONE

LOTTI DI CAFFÈ	POLVERE	MOKA	INFUSIONE	ESPRESSO
	<i>Furano (ng.g-1)*</i>			
Vietnam A	127.0±5.7	81.2±4.9	63.0±1.6	-
B	353.3±4.9	54.1±3.9	171.0±3.0	-
C	133.7±9.6	66.5±5.6	60.0±4.0	-
D	158.7±12.9	36.0±2.2	43.0±3.1	-
Robusta Monsonato	486.7±41.6	104±7.0	170±5.0	-
India Robusta Cherry	134.1±9.7	60.3±6.2	51.6±4.3	-
Cameroun Robusta	226.3±15.2	131.1±7.8	99.5±3.9	-
Cameroun	57.3±2.9	37.5±3.0	24.5±2.4	-
Santos A	466.7±50.3	72.3±4.8	215.5±10.0	-
Santos B	587.3±32.9	63.8±3.9	305.0±6.0	-
Salvador	175.5±12.3	103.2±6.5	100±6.0	-
Ethiopia Washed	215.5±16.3	60.0±3.3	72.7±6.8	-
Cialde lotto A (miscela)** (n=8)	120.0-136.1	-	-	33.1-62.9
Cialde lotto B (miscela)** (n=8)	105.5-122.1	-	-	36.3-47.5
RIDUZIONE MEDIA %		67.5±15.3	57.0±6.9	63.3±7.9
t-test		0.0001	0.0001	0.0001

Considerazioni nutrizionali: Furano in tazza

- Questi studi hanno evidenziato il fatto che non si forma furano extra in seguito ai normali procedimenti di preparazione, confermando che la temperatura limite che causa la formazione di furano nel caffè viene raggiunta soltanto durante i processi di tostatura facenti parte della preparazione industriale. Mentre significative perdite di furano vengono osservate dopo la preparazione del caffè per infusione, usando la moka o una macchina per l'espresso.



- I campioni di caffè di questa ricerca rappresentano una fonte alimentare povera di furano: infatti 100 ml di caffè preparato per infusione con 10 g di polvere, fornisce circa 0.3-3 μg /al giorno di furano; l'assunzione di 3 tazze di caffè (60 ml totali) preparate con 10 g di polvere usando la moka, fornisce da 0.2 a 2 μg /al giorno di furano, mentre 3 tazze di espresso (60 ml in totale) preparate usando le cialde disponibili fornisce circa 0.8-1.1 μg /al giorno di furano.

CONCLUSIONI - FURANO

- L'estrazione eseguita usando una fibra in carboxen/polydimethylsiloxane da 75 μm ; nell'ambito della procedura HS-SPME-GC/MS ha dimostrato tutta la sua validità.
In particolare la determinazione del furano nella polvere di caffè tostato è stata ottenuta con il metodo impiegato da Altaki et al.³⁵ ma ottimizzandone la procedura. La procedura HS-SPME è stata ottimizzata in termini di tempi di estrazione, temperatura e forza ionica con apprezzabili risultati.
- L'intervallo di linearità raggiunto compreso tra 0.0075-0.486 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$, il LOD e il LOQ, calcolati di 0.002 e 0.006 $\text{pg}\cdot\text{g}^{-1}$ rispettivamente dimostrano, con l'utilizzo del furano d_4 come standard interno, una ottima sensibilità della metodica.
- Anche i livelli di precisione e riproducibilità all'interno dello stesso giorno e nell'arco di tre giorni, che sono rispettivamente dell' 8 e 10%, sono apprezzabili.
- Inoltre è stata valutata la riduzione dei livelli di furano utilizzando diversi metodi di preparazione come nel caffè preparato per infusione, con la classica moka e con la macchina del caffè espresso in cui rispettivamente sono state del 57%, 67% e 63.3%.
- Non ultimo forniscono utili informazioni per rifinire i dati a disposizione come richiesto dall'EFSA.

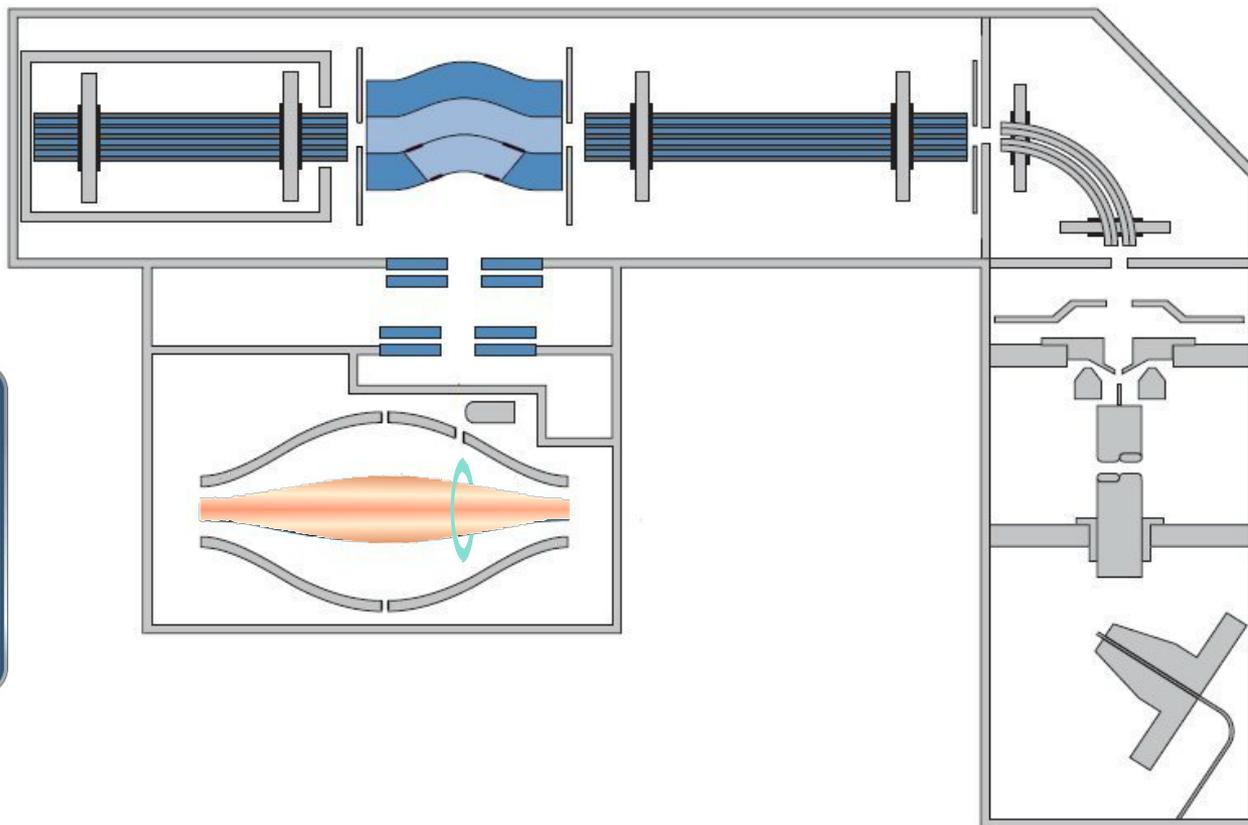


**ANALISI DEI PESTICIDI IN LC/HRMS
QUANTIFICAZIONE CON MASSA
ACCURATA A 100K DI RISOLUZIONE**

Exactive™ Bench-Top LC-HRMS

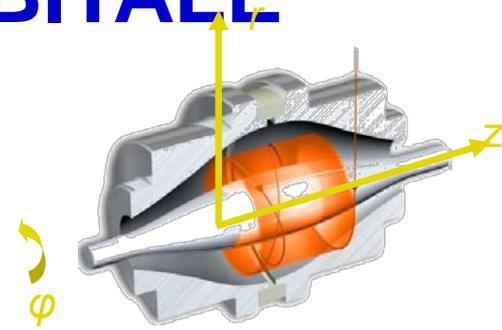
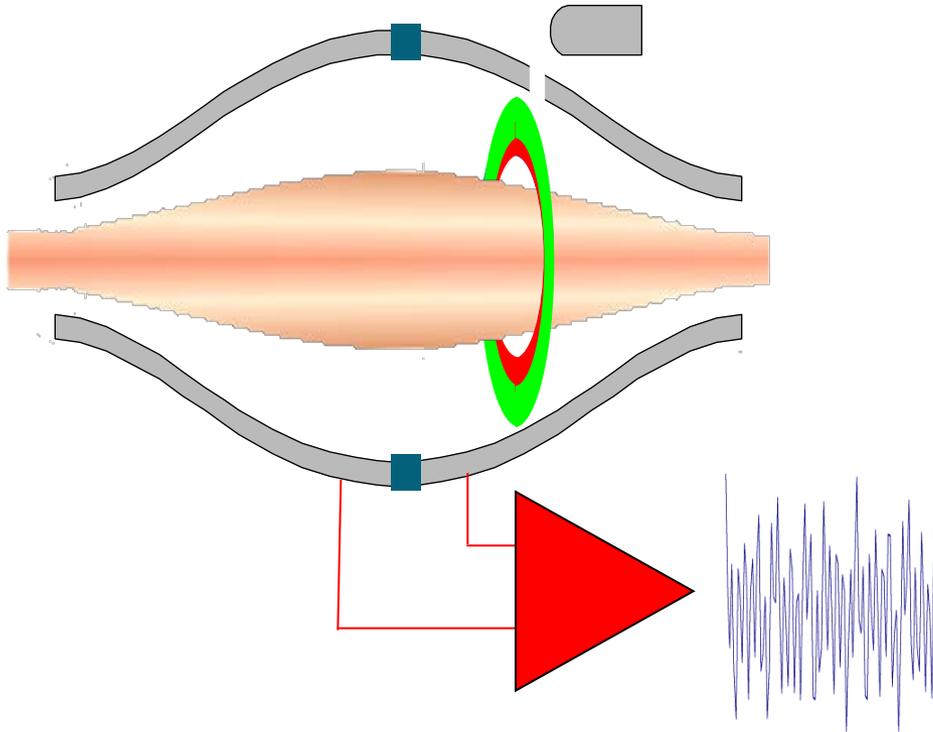


EXACTIVE™ BENCH-TOP LC-HRMS



“La tecnologia Orbitrap consente di ottenere una spettrometria di massa ad altissima risoluzione con acquisizioni Full-Scan FT con elevata accuratezza del rapporto m/z ”

TRAPPOLA ORBITALE



Hyper-logarithmic potential distribution:
"ideal Kingdon trap"

$$U(r, z) = \frac{k}{2} \cdot \{z^2 - r^2 / 2 + R_m^2 \cdot \ln(r / R_m)\}$$

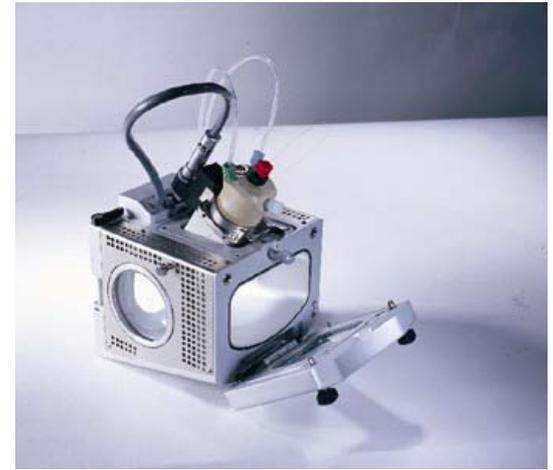
- Characteristic frequencies:
 - Frequency of rotation ω_ϕ
 - Frequency of radial oscillations ω_r
 - Frequency of axial oscillations ω_z

$$\omega_z = \sqrt{\frac{k}{m/q}}$$

$$\omega_\phi = \frac{\omega_z}{\sqrt{2}} \sqrt{\left(\frac{R_m}{R}\right)^2 - 1} \quad \omega_r = \omega_z \sqrt{\left(\frac{R_m}{R}\right)^2 - 2}$$

SORGENTE

- *H-ESI II*
- *Stesso housing per i probes ESI e APCI*
- *Concetto Plug and Play con riconoscimento automatico della sorgente da software*
- *Angolo verticale dello spray fisso (circa 60 gradi)*
- *Regolazioni in X, Y, Z per la massima flessibilità a bassi e alti flussi*
- *Design ottimale dello scarico*
- *APPI + combo APPI/APCI*



PARAMETRI STRUMENTALI

- Spettrometro di massa Exactive con sorgente H-ESI II
- HPLC e AS serie Accela
- Loop da 25ul – Iniezioni da 10ul con modalità no waste
- Fasi: A – Acqua, a. formico 0.01%, ammonio formiato 5mM
B – Metanolo, a. formico 0.01%, ammonio formiato 5mM
- Flusso: 300 ul/min
- Colonna: Thermo Fisher Scientific Hypersil GOLD C18 50 x 2.1 mm, 1.9um
- Gradiente A: 0-1min 95%, 25-26min 5%, 27-31min 95%

PARAMETRI STRUMENTALI

- Full Scan (m/z): 150-750 in ESI positiva
- Risoluzione: 100K
- AGC: 3E06
- Lock Mass (m/z): 391.28429
- Temperatura H-ESI II (°C): 350
- Sheath gas: 40
- Aux Gas: 10
- Spray Voltage (V): 3500

CAMPIONI

- Le matrici di fagiolo verde e mais sono state addizionate con una soluzione di 71 pesticidi ad una concentrazione finale di 10ppb.
- I campioni sono stati estratti e purificati con metodo Quechers con rapporto di diluizione finale 1:2 in acetonitrile (0.5 g di matrice per 1ml di soluzione).
- Le curve di taratura sono state costruite con standards in matrice di fagiolo verde alla concentrazione di 1, 5, 10, 50ppb e iniettati due volte per ogni singola concentrazione.
- **Quantificazione senza standards interni o di siringa**

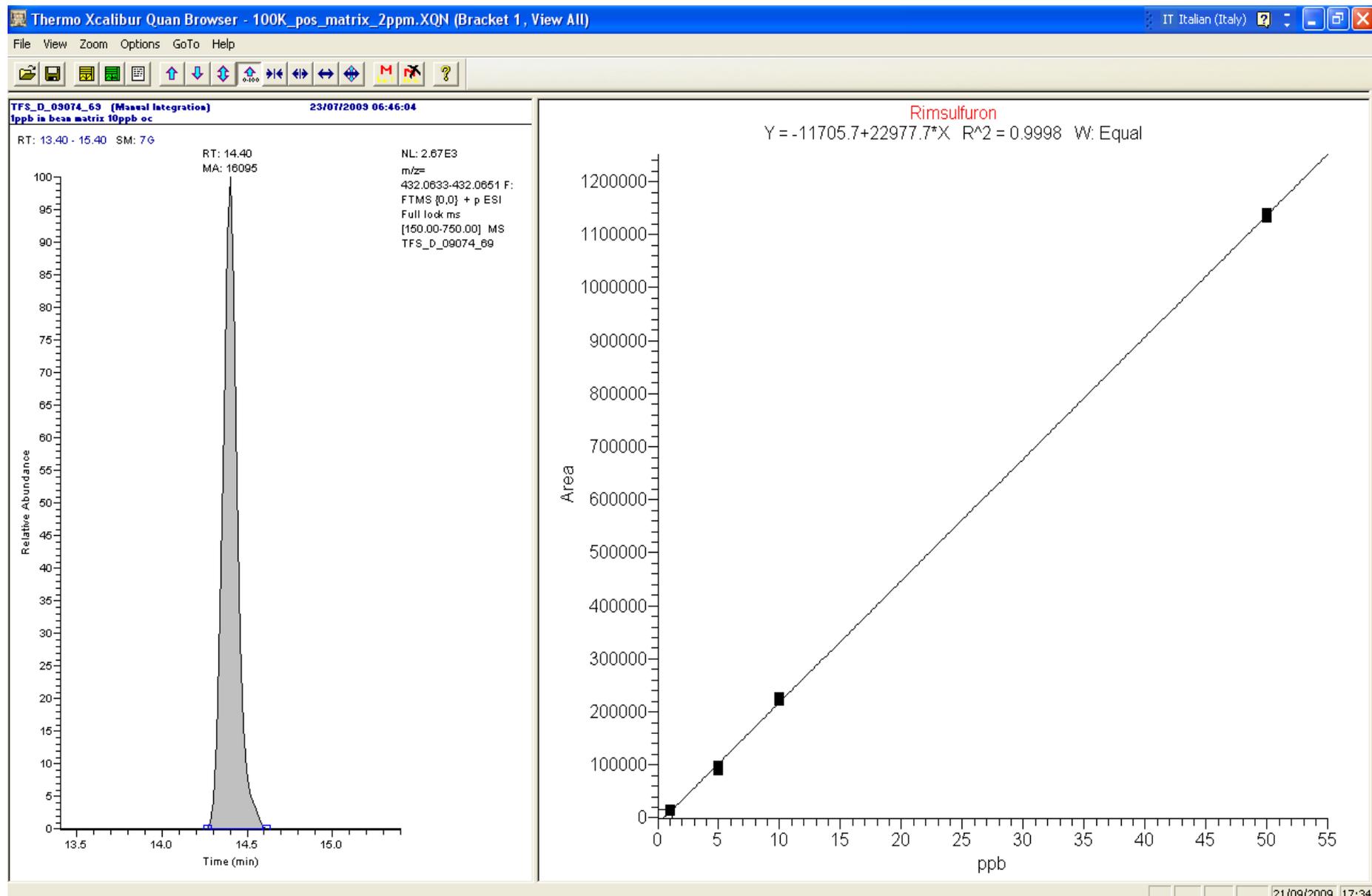
Quantificazione spike 10ppb (5ppb equivalente in vial)

Pesticidi	Fagioli	Mais	Pesticidi	Fagioli	Mais
Carbendazim	6.7	14.2	Azinphos-methyl	8.7	12.6
Imazamox	8.5	13.7	Phenmedipham	11.0	8.5
Imidacloprid	8.7	12.5	Fomesafen	7.1	10.9
Metamitron	10.0	11.2	Azoxystrobin	8.8	12.1
Acetamiprid	11.2	11.4	Linuron	8.1	11.3
Thiabendazol	9.0	12.7	Acibenzolar-S-methyl	8.1	10.8
Thiachloprid	11.5	12.5	Fenamidone	8.4	10.5
Propoxur	8.3	14.0	Ethiofencarb	8.8	11.9
Thiophanat-methyl	10.3	13.9	Methiocarb	8.8	11.9
Carbofuran	8.5	13.7	Propyzamide	9.1	13.3
Pirimicarb	5.0	20.3	Dimetomorph	9.1	11.2
Rimsulfuron	9.2	12.0	Diphenylamine	7.6	11.4
Carbaryl	9.1	12.1	Mepanipyrim	8.5	13.5
Fosthiazate	9.0	13.7	Iprovalicarb	7.9	11.4
Methabenzthiazurone	8.3	12.0	Fluoxastrobin	8.6	12.6
Fensulfotion	7.2	18.6	Fenhexamid	9.0	12.5
Benoxacor	8.9	13.1	Flufenacete	8.5	12.4
Clomazone	8.7	13.0	Cvazofamid	8.9	13.0

Quantificazione spike 10ppb (5ppb equivalente in vial)

Pesticidi	Fagioli	Mais	Pesticidi	Fagioli	Mais
Rotenon	9.0	11.9	Fluazifop-butyl	5.1	8.1
Fenothiocarb	8.7	13.1	Furathiocarb	5.3	8.2
Diflubenzuron	8.1	13.2	Propaquizafop	5.2	7.5
Picoxystrobin	7.9	11.8	Terbufos	10.5	3.6
Fenoxicarb	8.9	13.2	Tebufenpyrad	5.5	8.7
Cyprodinil	9.3	12.8	Pyperonil_butoxyde	5.7	8.4
Zoxamide	9.4	12.4	Oxadiazon	6.2	8.7
Pyraclostrobin	8.9	11.4	Pyriproxifen	6.3	9.8
Famoxadone	8.5	7.0	Quinoxifen	8.0	10.0
Clofentezine	7.2	7.0	Hexythiazox	6.8	9.5
Triflumuron	6.4	8.2	Etoxazole	7.5	14.4
Cadusafos	5.3	7.0	Flufenoxuron	7.2	12.9
Spinosad_A	5.1	6.8	Fenpyroximate	7.7	11.0
Indoxacarb	5.2	8.3	Pyridaben	8.0	13.6
Dodine	6.0	10.1	Resmetrine	8.6	14.5
Fenoxapropetile	5.1	10.0	Carbosulfan	7.8	11.6
Quizalofop-ethyl	5.2	9.7	Etofenprox	8.0	13.4
Benfuracarb	5.1	9.3			

Rimsulfuron 1ppb in fagiolo verde (profilo acq a 2ppm)



Benoxacor 1ppb in fagiolo verde (profilo acq a 2ppm)

Thermo Xcalibur Quan Browser - 100K_pos_matrix_2ppm.XQN (Bracket 1, View All) IT Italian (Italy)

File View Zoom Options GoTo Help

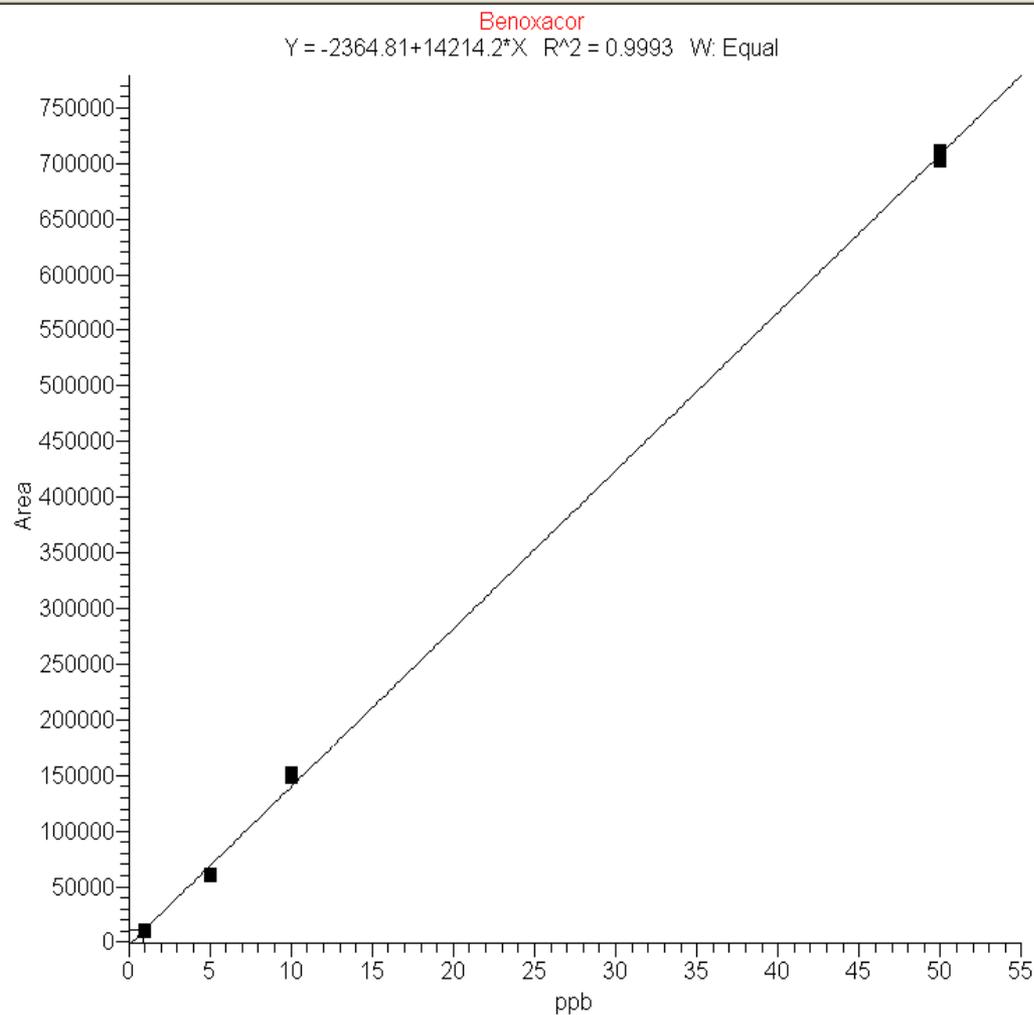
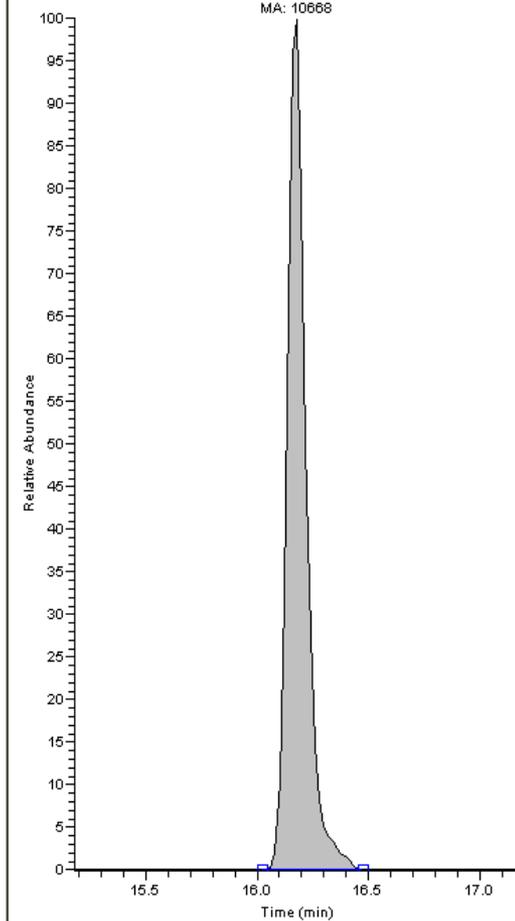


TFS_D_09074_69 (Manual Integration)
1ppb in bean matrix 10ppb oc

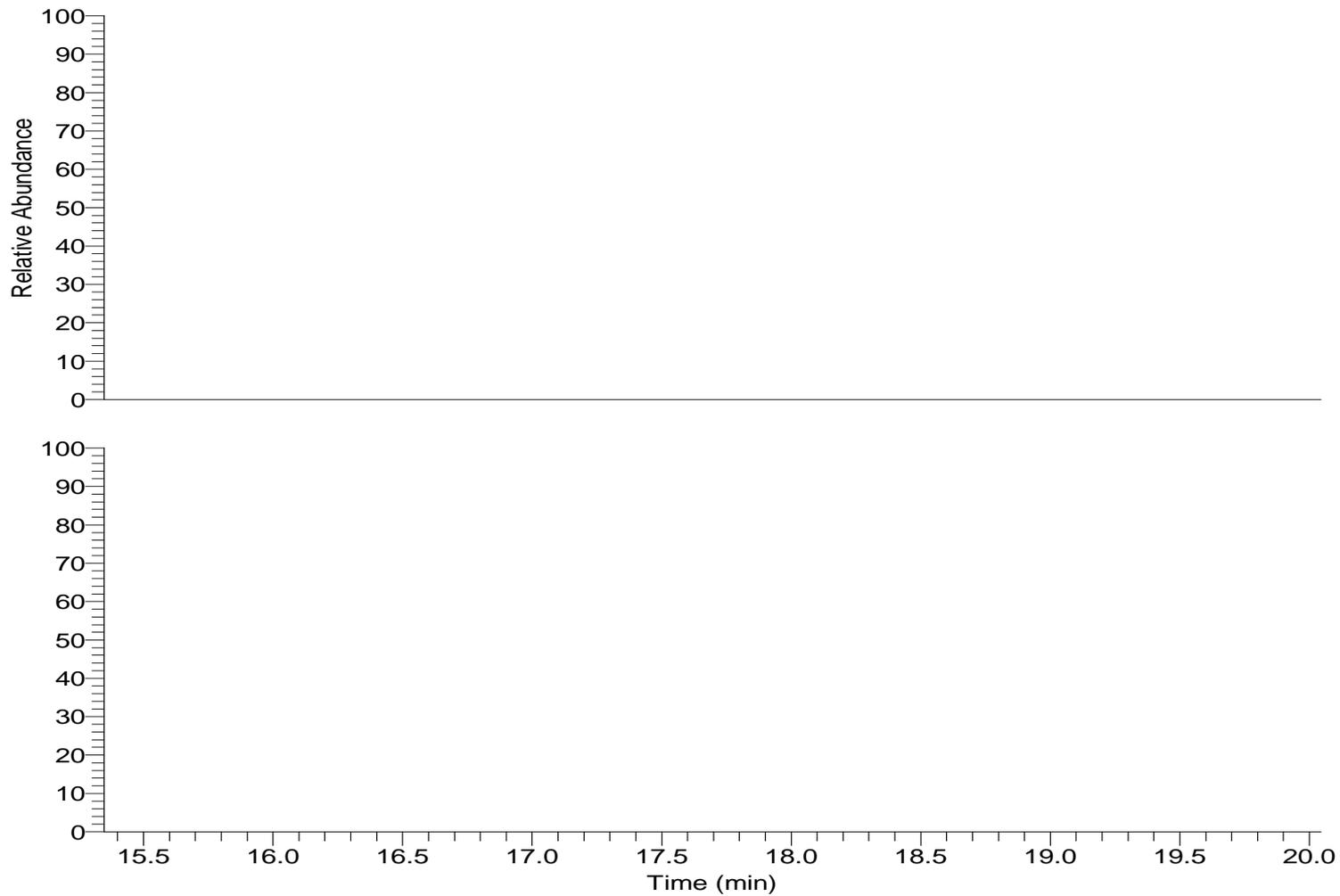
23/07/2009 06:46:04

RT: 15.18 - 17.18 SM: 7G

RT: 16.18
MA: 10668
NL: 1.78E3
m/z=
280.0235-280.0245 F:
FTMS [0.0] + p ESI
Full lock ms
[150.00-750.00] MS
TFS_D_09074_69



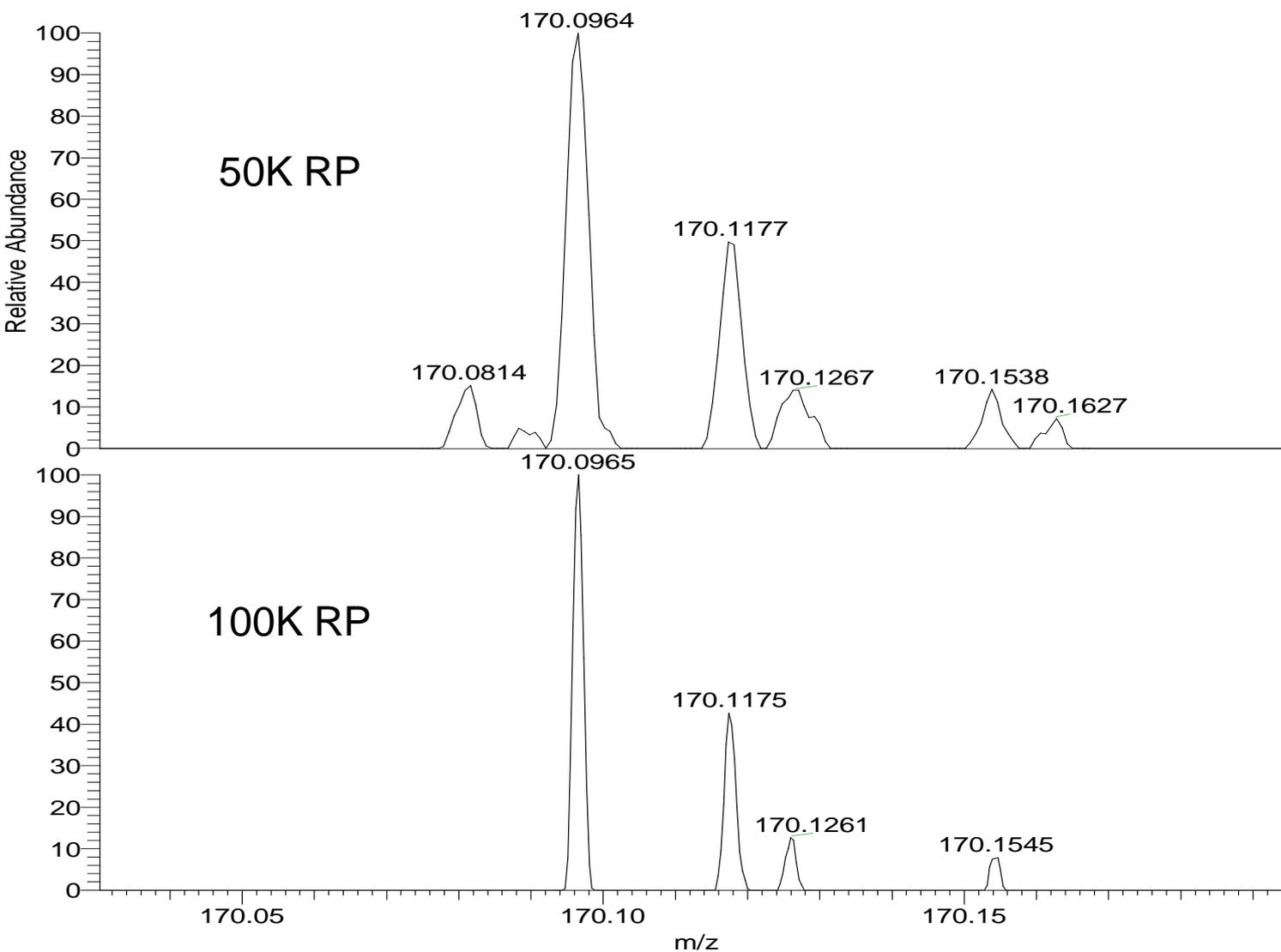
RT: 15.35 - 20.04 SM: 3G



Diphenylamine (m/z 170.0964) 1ppb in fagiolo verde

NL: 3.83E3
TFS_D_09074_54#1087
RT: 17.61 AV: 1 T:
FTMS {0,0} + p ESI
Full lock ms
[150.00-750.00]

NL: 2.67E3
tfs_d_09074_69#805
RT: 17.61 AV: 1 T:
FTMS {0,0} + p ESI
Full lock ms
[150.00-750.00]



CONCLUSIONI

ANALISI DEI PESTICIDI IN LC/HRMS

- Le prove quantitative effettuate hanno mostrato una linearità, precisione e accuratezza del tutto adeguate alle condizioni operative (assenza std interni e di siringa, no waste inj mode).
- I LOQ analitici sono a livelli sub-ppb.
- L'accuratezza della misura del rapporto m/z è sempre inferiore a 2ppm.
- La risoluzione 100K limita gli effetti matrice alla sola cinetica di ionizzazione ElettroSpray.



**DETERMINAZIONE DI MELAMINA NEL
LATTE, IN PRODOTTI A BASE DI LATTE
ED IN ALTRI PRODOTTI ALIMENTARI E
BEVANDE**

SCANDALO DELLA MELAMINA NEL LATTE

Cina, scandalo latte alla melamina per i colpevoli patibolo ed ergastolo - esteri - Repubblica. - Windows Internet Explorer

http://www.repubblica.it/2009/01/sezioni/esteri/cina-latte-contaminato/cina-latte-contaminato/cina-latte-contaminato.html

la Repubblica.it Esteri

Cerca: La Repubblica del 1984

Cerca: Google

Home | Affari&Finanza | Sport | Spettacoli&Cultura | Ambiente | Scienze | Tecnologia | Motori | Moda | Casa | Viaggi | Roma | Milano | Annunci | Lavoro | Meteo | Oroscopo

RepubblicaTv | Politica | Cronaca | Edizioni locali | Esteri | Scuola&Giovani | Salute | Ora per Ora | Persone | Foto | Giochi&Scommesse | Mobile

DOVE OSANO LE IDEE

XXVI SALONE INTERNAZIONALE DEL LIBRO
TORINO LINGOTTO FIERE 16-20 MAGGIO 2013

ESTERI

Saranno giustiziati due dei responsabili della sofisticazione alimentare che ha avvelenato quasi 300mila bambini cinesi e ne ha uccisi almeno sei

Cina, scandalo latte alla melamina per i colpevoli patibolo ed ergastolo

Carcere a vita per Tian Wenhua ex proprietaria della principale azienda produttrice e per Zhang Yanzhang, che ha acquistato e rivenduto l'alimento contaminato

PECHINO – Pena capitale per due persone in Cina per la vicenda del latte contaminato con la melamina che ha avvelenato quasi 300mila bambini e ne ha uccisi almeno sei. Lo scandalo era esploso nel settembre scorso.

Il primo condannato è Zhang Yujun, che ha prodotto e venduto latte in polvere contaminato, trovato colpevole di aver messo in pericolo la salute nazionale. Pena capitale anche per Geng Jinping, che ha distribuito alle varie compagnie che vendono latte in polvere il prodotto contaminato con la sostanza tossica che fa aumentare artificialmente il valore proteico. Le sentenze sono state emesse dalla

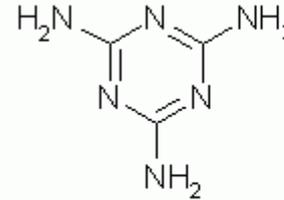
La madre di una delle vittime del latte adulterato

Corte popolare di Shijiazhuang.

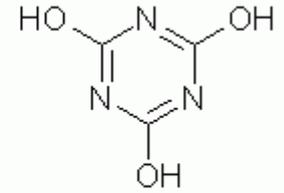
Un nuovo concetto di eReader.
Più nitido.
Più grande.
Magnifico.



start | 3 Esplora risorse | 2 Microsoft Office... | 2 Microsoft Office... | 2 Internet Explorer | 4 Adobe Reader | 5.15



melamine



cyanuric acid



Determination of melamine in milk-based products and other food and beverage products by ion-pair liquid chromatography–tandem mass spectrometry

Tridecafluoroheptanoic acid (TFHA),

Trichloroacetic acid (TCA),

Heptafluorobutyric acid (HFBA)

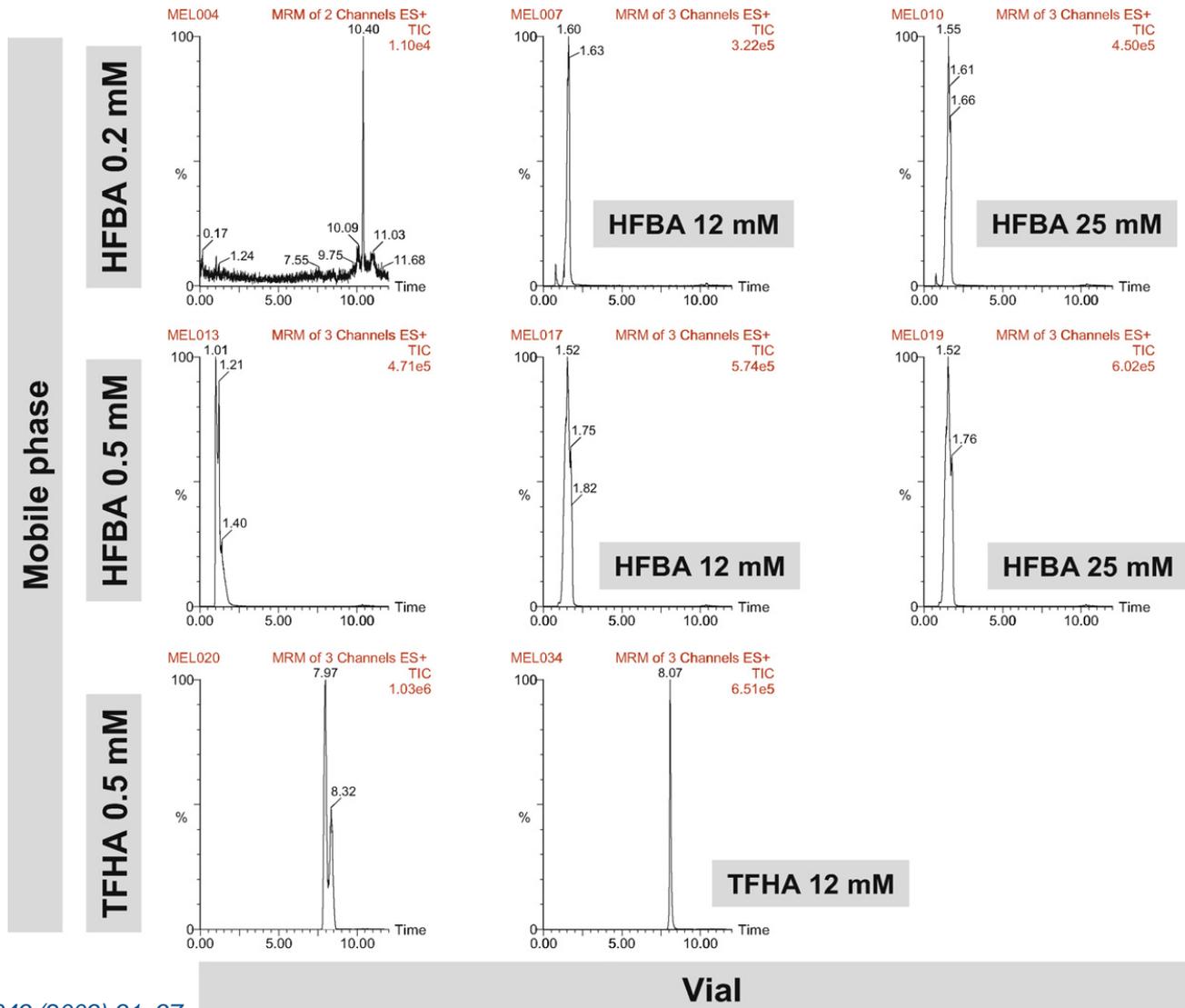


Table 1

Results obtained in the validation of milk-based products and other food samples ($n=5$).

Solid samples	Recovery (RSD, %)		LOQ (mg kg ⁻¹)	LOD (mg kg ⁻¹)
	1 mg kg ⁻¹	5 mg kg ⁻¹		
Milk powder	97 (3)	85 (3)	0.5	0.1
Baking powder	85 (3)	80 (2)	0.3	0.1
Milk-chocolate biscuit	98 (3)	81 (3)	0.4	0.1
Milk-chocolate egg	94 (3)	86 (4)	0.4	0.1
Biscuit	100 (5)	82 (3)	0.3	0.1
Dry pasta (wheat)	82 (2)	77 (3)	0.4	0.1
Liquid samples	Recovery (RSD, %)		LOQ (mg L ⁻¹)	LOD (mg L ⁻¹)
	1 mg L ⁻¹	5 mg L ⁻¹		
Fruit juice and milk blends	92 (1)	92 (1)	0.03	0.01

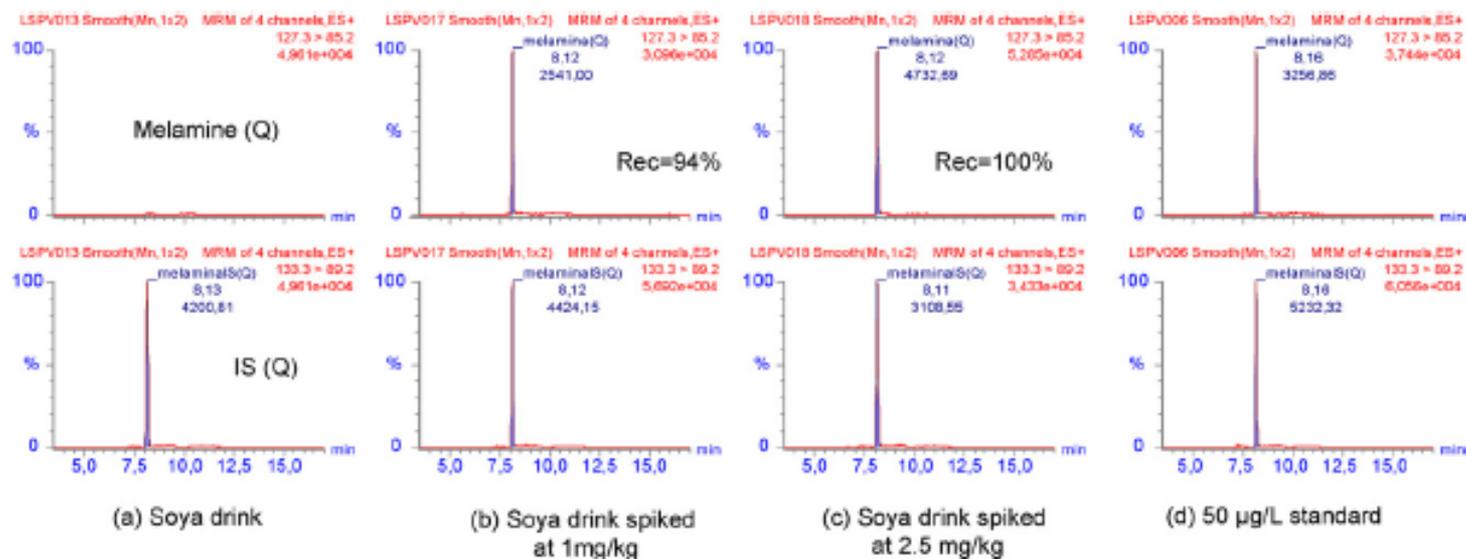


Fig. 3. LC-MS/MS chromatograms (quantitative transition, Q) for: (a) soya drink #011; (b) soya drink spiked at 1 mg L⁻¹; (c) soya drink spiked at 2.5 mg L⁻¹ and (d) 50 µg L⁻¹ standard.

CONCLUSIONI

**LAVORATE CON LA
SPETTROMETRIA DI
MASSA**

RINGRAZIAMENTI

STEBICEF University of Palermo

Prof. Pasquale Agozzino,

Prof . Leopoldo Ceraulo

Dr. Vita Di Stefano,

Dr. David Bongiorno

Dr. Indelicato Serena

Dr. Felice Filizzola

CGA-UniNetLab University of Palermo

Dr. Rosy Pitonzo

Department of Food and Environmental Science

“Prof. G. Stagno d’Alcontres University of Messina

Prof. Giacomo Dugo,

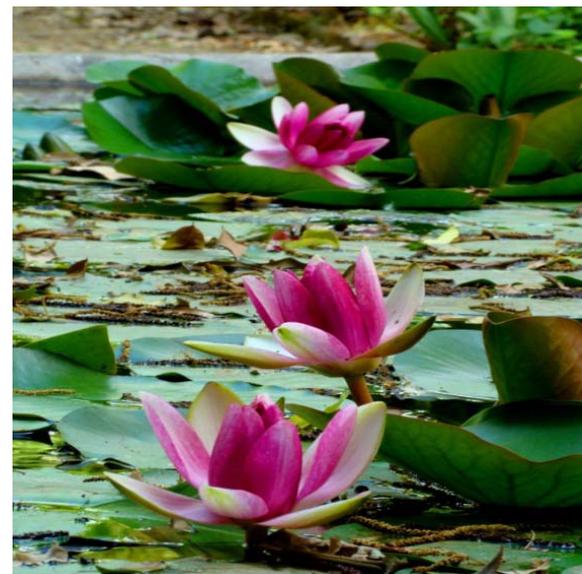
Dr. Nico Cicero

Dr. Vincenzo Lo Turco

Zi-Caffè s.p.a. (Marsala, Trapani)

Dr. Lara La Pera

Dr. Serena Fanara



ThermoFisher SCIENTIFIC

Dr. Igor Fochi; Product Specialist

Dr. Cesare Rossini

Carmelo Campisi Lab Solution

**Thank you for
your kind
attention**