

C.3. RIPARTIZIONE

C.3.1 Ripartizione Acetone + H₂O/CH₂Cl₂ in imbuto separatore

C.3.1.1 Scopo e campo di applicazione

Il procedimento ha lo scopo di eliminare coestrattivi idrofili e trasferire i residui di antiparassitari da acetone acquoso in diclorometano.

C.3.1.2 Riferimenti

- BECKER, G. 1979. Eine Multimethode zur gleichzeitigen Erfassung von 75 Pflanzenbehandlungsmitteln auf pflanzlichem Material. *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*, 75: 148-152.
- SPECHT, W. and M. TILLKES. 1985. Gas-chromatoraphische Bestimmung von Rusksanden an Pflanzenbehandlungsmitteln nach Clean-up über Gel-Chromatographie und Mini-Kielselgel-Säulen-Chromatographie. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 322: 443-455.

C.3.1.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.3.1.4 Principio

I residui presenti nell'estratto grezzo, costituito da una soluzione in solvente idrofilo e acqua derivante dal vegetale, vengono estratti con diclorometano, dopo diluizione con acqua per diminuire la solubilità dei residui nella fase acquosa.

C.3.1.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Imbuto separatore da 1 litro con rubinetto in PTFE.
- Diclorometano e acqua puri per analisi di residui. Acqua distillata di qualità adeguata può essere purificata per estrazione in imbuto separatore: 4 litri di acqua con 2 x 100 ml di CH₂Cl₂.
- Tubo in vetro, 200 x 20 mm d.i., con gambo 55 x 4 d. i., per sodio solfato anidro.
- Cotone idrofilo sgrassato per estrazione in Soxhlet con etere di petrolio 40-60°+ acetone, 1+1, V+V, per 6 h.

- Sodio cloruro puro per analisi, riscaldato a 500 °C per almeno 6-8 h.

C.3.1.6 Apparecchiature

- Evaporatore rotante sottovuoto.

C.3.1.7 Campionamento

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.3.1.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.3.1.9 Procedimento

Trasferire in un imbuto separatore da un litro un volume di filtrato equivalente a 20 g di campione della soluzione acetone + acqua derivante dall'estrazione di cui al punto C.2.1.9. Aggiungere 250 ml d'acqua, 25 ml di soluzione satura di cloruro di sodio e 50 ml di diclorometano.

Agitare per almeno due minuti e lasciar separare lo strato di diclorometano.

Filtrare la fase organica inferiore attraverso una colonnina contenente 25 g di sodio solfato anidro.

Ripetere l'estrazione con altri 50 ml di diclorometano.

Concentrare gli estratti riuniti a piccolo volume mediante evaporatore rotante ($t= 40$ °C; pressione ridotta) e poi portare a secco per rotazione manuale del recipiente.

Ridisciogliere il residuo in modo appropriato (natura e volume del solvente) ai successivi passaggi analitici di purificazione.

C.3.2 Ripartizione Acetone + H₂O/Etere di petrolio + Etere Etilico (1+1) in imbuto separatore

C.3.2.1 Scopo e campo di applicazione

Il procedimento ha lo scopo di eliminare coestrattivi idrofili e trasferire i residui di antiparassitari da acetone acquoso in una miscela di etere di petrolio+etere etilico.

C.3.2.2 Riferimenti

- QUAGLINO, P. e P. BRANCA. 1992. Tecnica multiresiduo per la determinazione di principi attivi termolabili. *Boll. Chim. Igien.*, 43: 399-409.

C.3.2.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.3.2.4 Principio

I residui presenti nell'estratto grezzo, costituito da una soluzione in solvente idrofilo e acqua derivante dal vegetale, vengono estratti con una miscela di etere di petrolio/etere etilico.

C.3.2.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Imbuto separatore da 250 ml con rubinetto in PTFE.
- Etere di petrolio ed etere etilico, puri per l'analisi di residui
- Palloni per la disidratazione su Na₂SO₄. anidro
- Solfato di sodio anidro
- Cartucce filtranti da 0.2 µm. (Millipore millex GV13SJGVO13NS)

C.3.2.6 Apparecchiature

- Evaporatore rotante sottovuoto.

C.3.2.7 Campionamento

Non applicabile a questa fase dell'analisi

C.3.2.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questa fase dell'analisi

C.3.2.9 Procedimento

Trasferire in un imbuto separatore da 250 ml un volume di 100 ml (equivalente a 20 g di campione) della soluzione acetone + metanolo + acqua derivante dall'estrazione di cui al punto C.2.1.9.

Estrarre con 3 x 50 ml di miscela (1+1, v+v) etere etilico+etere di petrolio. Riunire gli estratti e disidratarli con solfato di sodio anidro, aggiungendolo nel recipiente stesso.

Concentrare mediante evaporatore rotante fino a piccolo volume e poi a secco mediante rotazione manuale del recipiente. Dissolvere il residuo con un solvente appropriato ai successivi passaggi di purificazione.

C.3.3 Ripartizione acetone +H₂O/CH₂Cl₂ su Extrelut - 20

C.3.3.1 Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente di trasferire residui di antiparassitari da acetone acquoso in diclorometano allo scopo di eliminare coestrattivi idrofili e di realizzare anche una blanda purificazione per adsorbimento. Il metodo è anche indicato per substrati che possono causare emulsioni nel procedimento di ripartizione in imbuto separatore di cui al punto C.3.1.

C.3.3.2 Riferimenti

- DI MUCCIO, A., R. DOMMARCO, D. ATTARD BARBINI, A. SANTILIO, S. GIROLIMETTI, A. AUSILI, M. VENTRIGLIA, T. GENERALI, L. VERGORI 1993. Application of solid-phase partition cartridges in the determination of fungicide residues in vegetable samples. *J. Chromatogr.*, 643:363-368.

C.3.3.3. Definizioni

Vedi A.1.3.

C.3.3.4. Principio

La soluzione acetone + acqua derivante dal procedimento di estrazione viene fatta assorbire su un materiale siliceo macroporoso. Parte dell'acetone viene rimosso con un flusso di azoto. I residui di antiparassitari sono recuperati eluendo la colonna con diclorometano; eluendo con miscele di solventi a polarità più bassa possono essere recuperati gruppi di composti meno polari in un estratto più pulito.

C.3.3.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Cartucce Extrelut-20 Merck, cod. N. 11737 e ago 0.60 x 30 mm cod. N. 15373.
- Acido cloridrico 6 N.
- Solventi puri per analisi di residui: diclorometano.

C.3.3.6 Apparecchiature

- Evaporatore rotante sottovuoto.
- Fonte di azoto in grado di fornire gas ad un flusso di 1 l/min (usare un rotametro per la misura).

C.3.3.7 Campionamento

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.3.3.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.3.3.9 Procedimento

Prelevare un'aliquota di 20 ml della soluzione acetone + acqua derivante dalla estrazione di cui al punto C.2.1 e trasferirla sulla colonna di Extrelut-20.

Calcolare e registrare la massa di campione prelevata. Lasciar assorbire il liquido ed attendere 10 min per consentire un'omogenea distribuzione dell'estratto nel materiale di riempimento della colonna. Far passare attraverso la colonna un flusso di azoto dal basso verso l'alto di 1 l/min per 20 min. Staccare la colonna di Extrelut-20 dal flusso di azoto, connettere all'uscita della colonna un ago con attacco Luer come restrittore di flusso ed eluire con 5 x 20 ml porzioni di diclorometano. Concentrare a piccolo volume usando un evaporatore rotante ($t = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$; pressione ridotta) e portare, quindi, a secco manualmente.

Ridisciogliere il residuo in un idoneo volume di di solvente per il successivo stadio di purificazione e di analisi.

Nota. Nel caso l'analisi riguardi Folpet, Captan e Captafol condizionare le colonne Extrelut - 20 come segue: lavare per percolazione con HCL 6 N fino a scomparsa di colore giallo, poi con acqua distillata fino a neutralità, rimuovere l'acqua che rimane in colonna con 100 ml di acetone e rimuovere a sua volta l'acetone con un flusso di azoto, dal basso verso l'alto, di 1 litro/min.

C.4. PURIFICAZIONI

C.4.1 Purificazione di estratti acetonicici di vegetali su C₁₈ o C₈.

C.4.1.1 Scopo e campo di applicazione.

Il procedimento ha lo scopo di rimuovere coestrattivi da estratti acetonicici o acetone + metanolo di vegetali.

C.4.1.2 Riferimenti

- BRANCA, P. e P. QUAGLINO.1989. Determinazione rapida di pesticidi organofosforati e diserbanti triazinici in acque e alimenti. *Boll. Chim. Igien.*, 40: 71-78.

C.4.1.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.4.1.4 Principio

La purificazione si basa su una cromatografia a fase inversa mediante passaggio su cartuccia C₁₈ o C₈ previa diluizione dell'estratto con acqua.

C.4.1.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Solventi puri per l'analisi di residui: metanolo, n-esano, etere etilico, acqua, prodotti puri per analisi di residui. Acqua di qualità adeguata può essere ottenuta mediante estrazione di acqua distillata in imbuto separatore (4 litri di acqua con 2 x 100 ml di diclorometano); rimuovere il diclorometano residuo facendo gorgogliare elio attraverso l'acqua.
- Colonne SPE C₁₈ da 3 ml, 500 mg, (Baker, cod. 7020-03) oppure C₈ da 3 ml (Baker, cod. 7087-02).
- In alternativa preparare le colonnine con 1 g dei seguenti prodotti:
Resina octyl (C₈) 40 um, prep LC packing (Baker cod. 7026-00).
Resina octaldecil C₁₈ (cod. 7025-00).
- Recipiente di carica con adattatore (Baker, Cod. 4528).

- Frits in PTFE (Baker cod. 7329-06).
- Colonna in vetro da 8 ml (Baker cod. 7326-06).

C.4.1.6 Apparecchiature

- Sistema di estrazione sottovuoto.
- Evaporatore rotante sottovuoto.

C.4.1.7 Campionamento

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.1.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.1.9 Procedimento

Prelevare un volume del filtrato pari a 10 g di campione trasferirli in un cilindro graduato da 1 litro. Diluire con acqua fino ad ottenere una concentrazione di acetone minore o uguale al 5 % (di solito fino a circa 400 ml).

Predisporre le colonnine SPE C₁₈ sul sistema da vuoto e attivarle facendo passare 3 ml di metanolo e 3 ml di acqua, aspirando e scartando ogni volta gli eluati, avendo cura di non mandare a secco le colonnine.

Riempire le colonnine con acqua distillata, collegare il recipiente di carica per mezzo dell'opportuno adattatore e riempire con l'estratto come sopra diluito.

Collegare la pompa da vuoto e regolare il flusso a circa 10 ml/min.

Reintegrare il campione nel recipiente di carica fino ad esaurimento dello stesso, avendo cura che il battente sulla colonnina non venga alterato.

Terminato il passaggio del campione, staccare il recipiente di carica e lavare le colonnine prima con 3 ml di una soluzione al 3% di metanolo in acqua e, quindi, con 3 ml di acqua distillata. Scartare questi lavaggi.

Asciugare le colonnine tenendole sotto aspirazione per circa 30 minuti.

Eluire i residui di antiparassitari con porzioni (2 x 3 ml) di miscela n-esano+etere etilico, (1 + 1, v + v.) Le due frazioni riunite sono portate a piccolo volume mediante debole flusso di azoto.

C.4.2 Ammina quaternaria

C.4.2.1 Scopo e campo di applicazione

Il metodo ha lo scopo di purificare gli estratti da coestrattivi polari. Attualmente è in fase di studio.

C.4.2.2. Riferimenti

Dati sperimentali non pubblicati.

C.4.2.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.4.2.4 Principio

La rimozione dei coestrattivi polari viene effettuata mediante trattenimento su una colonnina di resina a scambio anionico a base di ammina quaternaria.

C.4.2.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Cartucce SPE, ammina quaternaria, Baker cod. 7091-03 o equivalente.

C.4.2.6 Apparecchiature

- Sistema di estrazione sotto vuoto.
- Evaporatore rotante sottovuoto.

C.4.2.7 Campionamento

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.4.2.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.4.2.9 Procedimento

Attivare la colonnina di ammina quaternaria con 5 ml di diclorometano. Ridisciogliere l'estratto da purificare in 2 ml di diclorometano e trasferirlo sulla colonnina. Eluire con 6 ml di CH_2Cl_2 seguiti da 2 ml di acetonitrile riunendo gli estratti. Portare a secco l'eluato e riprendere con un opportuno volume di solvente.

C.4.3 Purificazione su colonna di gel di silice.

C.4.3.1 Scopo e campo di applicazione

Il procedimento ha lo scopo di purificare estratti grezzi provenienti dai procedimenti di estrazione e/o di ripartizione.

C.4.3.2 Riferimenti

- QUAGLINO, P. e P. BRANCA. 1992. Tecnica multiresiduo per la determinazione di principi attivi termolabili. *Boll. Chim. Igien.*, 43: 399-409.

C.4.3.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.4.3.4 Principio

Gli estratti grezzi vengono purificati mediante una cromatografia di adsorbimento, usando cartucce di gel di silice preventivamente attivate. L'eluizione dei pesticidi avviene con una miscela esano-etero etilico (1+1, v + v).

C.4.3.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Solventi puri per l'analisi dei residui: etero etilico, etero di petrolio 40-60°C, e n-esano.
- Colonne Silica gel (SIOH) da 3 ml Baker (cod. 7086-03).

C.4.3.6 Apparecchiature

- Sistema di estrazione sottovuoto.
- Evaporatore rotante sottovuoto.

C.4.3.7 Campionamento

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.4.3.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questa fase dell'analisi.

C.4.3.9 Procedimento

Attivare la cartuccia di gel di silice con 3 ml di etere etilico e con 3 ml di etere di petrolio.

Trasferire il campione disciolto in 5 ml di esano sulla colonna.

Dopo l'applicazione del campione, lavare la fase stazionaria con 1 ml di etere di petrolio e scartare.

Seccare la colonnina lasciandola 3 min circa sotto aspirazione, quindi eluire con 3 ml di miscela etere etilico-esano (1+1, v + v).

Concentrare a piccolo volume con evaporatore rotante e poi portare a secco l'eluato per rotazione manuale del recipiente. Ridisciogliere con un opportuno volume di solvente per la successiva determinazione.

C.4.4 Gel permeazione

C.4.4.1 Gel permeazione su colonna macro.

C.4.4.1.1 Scopo e campo di applicazione.

Il metodo ha lo scopo di separare i residui di antiparassitari dalla massa del grasso o dai coestrattivi presenti in estratti vegetali. Il metodo ha un'applicabilità di carattere generale.

A titolo di guida vedi tabella 3.

C.4.4.1.2 Riferimenti

- BALDI, M., S. COPPI, M. C. CRISTOFORI, M. L. DAVI, S. BENEDETTI, A. BOVOLENTA, L. PENAZZI, M. P. PREVIATI. 1990. Applicazione della Cromatografia a Permeazione di Gel nella Purificazione di Estratti Organici per la Determinazione di Contaminanti a Livello Residuale. *Boll. Chim. Ig.*, 41: 295 - 324.
- SPECKT, W. e M. TILLKES. 1985. Gas-chromatographische Bestimmung von Rückständen an Pflanzenbehandlungsmitteln nach Clean-up über Gel-Chromatographie und Mini-Kieselgel-Säulen-Chromatographie. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 322: 443 - 455.

C.4.4.1.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.4.4.1.4 Principio

Il metodo si basa sulla separazione mediante cromatografia di gel permeazione delle molecole a basso peso molecolare dalle molecole di coestrattivi (lipidi, pigmenti vegetali etc.) che hanno generalmente pesi molecolari più elevati. Sono usate diverse condizioni per estratti vegetali a basso ed elevato contenuto lipidico, rispettivamente.

C.4.4.1.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Solventi puri per analisi dei residui: cicloesano, diclorometano, etile acetato.

- Miscele eluenti: A) diclorometano + cicloesano (1 + 1, v + v) per estratti vegetali ad elevato contenuto lipidico. B) Cicloesano + etile acetato (1 + 1, v + v) per estratti vegetali a basso contenuto lipidico.
- Resina stirene - divinilbenzene Bio-Beads SX-3, 200 - 400 mesh, Bio - Rad (cod. 152-2750).
- Colonna in vetro per cromatografia a bassa pressione, 45 cm x 2.5 cm d.i. riempita con Bio Beads SX-3
- Preparazione della colonna di gel permeazione.

La resina stirene-divinilbenzene (circa 50 g) è fatta rigonfiare per una notte nella miscela eluente. Quindi la sospensione è versata tutta in una volta nella colonna (capacità di circa 180 ml), appena il gel si è depositato (esente da bolle di aria) ad un livello di circa 32 cm, il pistone superiore viene inserito, abbassato fino al livello del gel e bloccato. Se dopo un uso prolungato il gel si abbassa ad un livello inferiore, la posizione del pistone deve essere variata di conseguenza.

- Controllo dei volumi di eluizione.

Quando si prepara una nuova colonna, le condizioni di eluizione devono essere controllate con parecchi composti nel campo superiore e inferiore di volumi di eluizione e con estratti grezzi oppure con opportune miscele di calibrazione. A questo scopo, caricare il "loop" con una miscela di standards o di estratti grezzi, eluire come appresso specificato e determinare mediante un opportuno metodo analitico se i composti saggiati sono recuperati completamente o se si hanno interferenze da impurezze non separate. Identico controllo deve essere effettuato su colonne usate per lunghi periodi.

A titolo di guida si possono utilizzare:

- 1) una miscela di calibrazione con la seguente composizione: burro 2.5 mg/ml; Dietilexilftalato 0.09 mg/ml; Metossicloro 0.018 mg/ml; Perilene 0.002 mg/ml (tale miscela è disponibile commercialmente: CLP GPC Calibration Mix 1, Dr. Ehrenstorfer ottenibile in Italia tramite LabService Analytika - Bologna e Delchimica Scientific Glassware - Napoli.)
- 2) Composti colorati, come Pendimetalin o Clofentezina, o UV assorbenti.
- 3) Miscela di Fluvalinate, Simazina e Azinphos Metile.

- Filtri in nylon da 0.45 μm .

C.4.4.1.6 Apparecchiature

- Evaporatore rotante sottovuoto.
- Sistema di purificazione GPC composto almeno da:

- Pompa in grado di fornire un flusso di 5 ml/min.
- Iniettore con "loop" da 5 ml.

C.4.4.1.7 Campionamento

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.4.1.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.4.1.9 Procedimento

Purificazione.

Il residuo concentrato di estratto grezzo di vegetali, proveniente dai punti C.2.2, C.2.3, C.2.4 e/o dai punti C.3.1, C.3.2 e C.3.3 viene disciolto nella miscela eluente (B) cicloesano + etile acetato in modo da avere una concentrazione equivalente di matrice non superiore a 10 g/ml. Filtrare e iniettare il filtrato nel sistema GPC.

Per purificare estratti provenienti da vegetali con elevato tenore di lipidi, disciogliere l'estratto lipidico nella miscela eluente A (Diclorometano + cicloesano) in modo da non superare 0.1 mg/ml. Filtrare e iniettare il filtrato.

Eluire la colonna di gel permeazione con la miscela eluente selezionata con un flusso di 5.0 ml/min.

Raccogliere la frazione utile con i volumi individuati come alla voce C.4.4.1.5 (controllo dei volumi di eluizione).

Concentrare la frazione raccolta a piccolo volume mediante evaporatore rotante ($t = 40 - 50^{\circ}\text{C}$; pressione ridotta) e poi a secco per rotazione manuale del recipiente.

Ridisciogliere con un opportuno volume di solvente per la successiva determinazione.

C.4.4.2 Gel Permeazione su colonna mini

C.4.4.2.1 Scopo e campo di applicazione

Il metodo ha lo scopo di separare i residui di antiparassitari dalla massa di grasso o dai coestrattivi presenti in estratti vegetali.

Per il campo di applicabilità vedi tabella 3.

C.4.4.2.2 Riferimenti

- PATTERSON, J.P. 1991. Reducing Solvent Consumption in Automated Gel Permeation Chromatographic Cleanup for Pesticide Residue Analysis: a Modified GPC Autoprep 1002. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 74: 1016-1018.
- ROOS, A.H., A. J. VAN MUNSTEREN, F. M. NAB and L. G. M. Th. TUINSTR. 1987. Universal Extraction/Clean-up Procedure for Screening of Pesticides by Extraction with Ethyl Acetate and Size Exclusion Chromatography. *Anal. Chim. Acta*, 196: 95 - 102.

C.4.4.2.3 Definizioni

Vedi A.1.3.

C.4.4.2.4 Principio

Il metodo si basa sulla separazione mediante cromatografia di gel permeazione delle molecole a basso peso molecolare dalle molecole di coestrattivi (lipidi, pigmenti vegetali etc.) che hanno generalmente pesi molecolari più elevati.

C.4.4.2.5 Reattivi, materiali e vetreria

- Solventi puri per analisi dei residui: cicloesano, diclorometano, etile acetato, prodotti puri per analisi o ridistillati da apparecchio in vetro.
- Miscele eluenti:
 - A) Diclorometano + cicloesano (1 + 1, v + v), per estratti vegetali ad elevato contenuto lipidico;
 - B) Cicloesano + etile acetato (1 + 1, v + v), per estratti vegetali a basso contenuto lipidico;

- Resina stirene - divinilbenzene Bio-Beads SX-3, 200 - 400 mesh (cod.152-2750), 35 cm x 1 cm d. i. da usare con eluente A) per purificazione di estratti vegetali ad alto contenuto lipidico; B) per purificazione di estratti vegetali a basso contenuto lipidico.
- Colonna in vetro riempita con Bio-Beads SX-3.
- Impaccamento della colonna di gel permeazione.

La resina stirene-divinilbenzene (circa 10 g) è fatta rigonfiare per una notte nella miscela eluente. Quindi la sospensione è versata tutta in una volta nella colonna (capacità di circa 80 ml), appena il gel si è depositato (esente da bolle di aria) ad un livello di circa 30 cm, il pistone superiore viene inserito, abbassato fino al livello del gel e bloccato. Se il gel si abbassa ad un livello inferiore dopo l'uso, la posizione del pistone deve essere variata di conseguenza.

- Controllo dei volumi di eluizione.

Quando si prepara una nuova colonna, le condizioni di eluizione devono essere controllate con parecchi composti nel campo superiore e inferiore di volumi di eluizione e con estratti grezzi oppure con opportune miscele di calibrazione. A questo scopo, caricare il "loop" con una miscela di standards o di estratti grezzi, eluire come appresso specificato e determinare mediante un opportuno metodo analitico se i composti saggiati sono recuperati completamente o se si hanno interferenze da impurezze non separate. Identico controllo deve essere effettuato su colonne usate per lunghi periodi.

A titolo di guida si possono utilizzare:

- 1) una miscela di calibrazione con la seguente composizione: burro 2.5 mg/ml; Dietilexilftalato 0.09 mg/ml; Metossicloro 0.018 mg/ml; Perilene 0.002 mg/ml (tale miscela è disponibile commercialmente CLP GPC Calibration Mix 1, Dr. Ehrenstorfer ottenibile in Italia tramite LabService Analytika - Bologna e Delchimica Scientific Glassware - Napoli).
- 2) Composti colorati, come Pendimetalin e Clofentezina, o UV assorbenti.
- 3) Miscela di Fluvalinate, Simazina e Azinphos metile.

C.4.4.2.6 Apparecchiature

- Sistema di GPC composto almeno da:
 - Pompa in grado di fornire un flusso di 1 ml/min.
 - Iniettore con "loop" da 1 ml.
- Evaporatore rotante sotto vuoto.

C.4.4.2.7 Campionamento

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.4.2.8 Preparazione del campione per l'analisi

Non applicabile a questo stadio dell'analisi.

C.4.4.2.9 Procedimento

Purificazione

Il residuo concentrato di estratto grezzo di vegetali, proveniente dai punti C.2.2, C.2.3, C.2.4 o dai punti C.3.1, C.3.2 e C.3.3 viene disciolto nella miscela eluente B) cicloesano + etile acetato in modo da avere una concentrazione equivalente di matrice non superiore a 10 g/ml. Filtrare e iniettare il filtrato nel sistema GPC.

Per purificare estratti provenienti da vegetali ad elevato tenore di lipidi, disciogliere l'estratto lipidico nella miscela eluente A) Diclorometano + cicloesano in modo da non superare 0.1 mg/ml. Filtrare e iniettare il filtrato.

Eluire la colonna di gel permeazione con la miscela eluente selezionata con un flusso di 1.0 ml/min.

Raccogliere la frazione utile con i volumi individuati come alla voce C.4.4.2.5 (controllo dei volumi di eluizione).

Concentrare la frazione raccolta a piccolo volume mediante evaporatore rotante ($t = 40 - 50^{\circ}\text{C}$; pressione ridotta) e poi a secco per rotazione manuale del recipiente.

Ridisciogliere il residuo con un opportuno volume di solvente per la successiva determinazione.

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE				PURIFICAZIONE				
	Solvente		Dispersione		DCM	EP+EE (1:1)	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil			EP	EP+DCM (75:25)	DCM				
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3		4.1	4.2	4.3	4.4	
CARTAP													
CHINOMETIONATO	+		+		+				+	+			
CIANATO DI POTASSIO													
CIANAZINA	+		+		+					+		+	
CIANOFENFOS	+								+				
CICLOATO	+			+	+							+	
CICLOXIDIM													
CICLURON			+							+			
CIEXATIN													
CIFENOTRINA	+				+			+					
CIFLUTRIN	+		+		+			+		+		+	
CIMOXANIL			+							+			
CINOSULFURON													
CIPERMETRINA	+	+	+	+	+		+	+		+		+	
CIPROCONAZOLO													
CIROMAZINA										+			
CLOFENTEZINE										+			
CLOPIRALID													
CLORAMBEN													
CLORBENSIDE	+				+					+			
CLORBUFAM	+		+		+					+			
CLORDANO (cis, trans, oxy)	+	+			+		+	+		+			
CLORFENPROP-METILE	+				+								
CLORFENSON	+	+	+		+					+		+	
CLORFENVINFOS	+	+	+	+	+		+	+	+	+		+	

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE				PURIFICAZIONE				
	Solvente		Dispersione		DCM	EP+EE (1:1)	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil			EP	EP+DCM (75:25)	DCM				
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3			4.1	4.2	4.3	4.4
DICLORVOS	+	+	+	+	+								+
DICOFOL	+	+	+		+					+			+
DIELDRIN	+	+	+	+	+	+		+		+			+
DIETOFENCARB	+				+								+
DIFENAMIDE				+									
DIFENCONAZOLO	+				+								
DIFENILAMMINA	+	+	+		+					+			
DIFENILE		+											
DIFENZOQUAT													
DIFLUBENZURON	+		+		+								
DIFLUFENICAN													
DIMEPIPERATE													
DIMETENAMID													
DIMETRIMOL													
DIMETOATO	+	+	+	+	+			-	+				+
DIMETOMORF													
DINTRAMINA	+		+		+								
DINOBTION	+			+	+								
DINOCAP	+		+		+								
DINOSEB													
DINOTERB													
DIOXACARB	+			+	+								
DIOXATION	+		+		+			+					+
DIQUAT													
DISULFOTON	+	+	+		+					+			+

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE				PURIFICAZIONE			
	Solvente		Dispersione		EP+EE (1:1)	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil		DCM	EP	EP+DCM (75:25)				
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3	4.1	4.2	4.3	4.4	
HALOXYFOP- ETOSIETILE												
HCH (isomeri α e β)	+				+	+						
IDRAZIDE MALEICA												
IDROGENO FOSFORATO												
IMAZALIL	+	+	+		+				+			+
IMAZAMETABENZ												
IMAZETAPIR												
IOXINIL	+				+				+			
IPRODIONE	+	+	+	+	+				+			+
ISOCARBAMIDE												
ISODRIN												
ISOENFOS	+	+	+		+	+			+	+		+
ISOPROPALIN	+		+		+				+			+
ISOPROTURON			+									
ISOXABEN												
LAMBDA-CIALOTRINA	+				+					+		+
LENACIL	+	+			+					+		
LINDANO	+	+	+	+	+	+			+			
LINURON			+	+						+		
MAGNESIO FOSFURO												
MALAOXON												
MALATION	+	+	+	+	+	+			+	+		+

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE						PURIFICAZIONE			
	Solvente		Dispersione		DCM	EP+EE (1:1)	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC	
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil			EP	EP+DCM (75:25)	DCM					
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3			4.1	4.2	4.3	4.4	
OXADIAZON														
OXADIXIL	+	+	+		+						+		+	
OXAMIL											+		+	
OXIFLUORFEN											+		+	
PARAOXON		+												
PARAQUAT														
PARATION	+				+	+		+		+		+		
PARATION-METILE	+	+	+	+	+	+		+		+		+	+	
PENCICURON														
PENCONAZOLO	+	+	+		+					+			+	
PENDIMETALIN	+	+		+	+			+		+			+	
PERFLUIDONE														
PERMETRINA	+	+	+	+	+					+				
PERTANE	+	+	+		+			+		+				
PICLORAM														
PIPERONIL BUTOSSIDO	+	+			+									
PIRAZOFOS	+	+	+		+					+				
PIRAZOSSIFEN										+				
PIRETRINE	+													
PIRIDAFENTION	+	+			+			+						
PIRIDATE	+		+		+			+						
PIRIMICARB	+	+	+	+	+									
PIRIMICARB, DESMETHYL										+				
PIRIMICARB, FORMAMMIDO										+				

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE				PURIFICAZIONE				
	Solvente		Dispersione		DCM	EP+EE (1:1)	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil			EP	EP+DCM (75:25)	DCM				
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3			4.1	4.2	4.3	4.4
QUINALFOS	+	+		+	+		+			+	+		+
QUINCLORAC													
QUIZALOFOP-ETILE	+				+						+		
QUIZALOFOP-ETILE (isomeroD)	+				+								
RAME													
RIMSULFURON													
ROTENONE													
SECBUMETON	+	+			+								
SETOSSIDIM											+		
SIMAZINA	+	+			+	+					+	+	+
SIMETRINA		+											
SOLFITI ALCALINI E ALCALINO TERROSI													
SULFOTEPP	+				+						+		+
TCA													
TERUCONAZOLO	+				+							+	
TEFLUBENZURON											+		
TEFLUTRIN	+				+			+					+
TEMEFOS		+											+
TEPP													
TERBUFOS	+				+						+		
TERBUMETON		+		+							+		+

segue Tabella 3

PRINCIPIO ATTIVO	ESTRAZIONE				RIPARTIZIONE				PURIFICAZIONE				
	Solvente		Dispersione		EP+EE (1:1)	DCM	Extrelut-20			C ₁₈	NR ₄ ⁺	Silice	GPC
	Acetone	Etile Acetato	Diatomee	Florisil			EP	EP+DCM (75:25)	DCM				
	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2	3.3			4.1	4.2	4.3	4.4
TRIAZBUTIL													
TRIAZOFOS	+	+		+	+				+				+
TRIBENURON METILE													
TRICLOPIR													
TRICHLORFON		+											
TRICLORONATO	+				+								
TRIDEMORF													
TRIFLUMURON		+											
TRIFLURALIN	+			+	+	+						+	
TRIFORINE	+				+								
VAMIDOTION	+	+			+								
VINCLOZOLIN	+			+	+	+						+	
ZINEB		+											
ZIRAM		+											
ZIREB		+											
ZOLFO													

NOTA: I recuperi nei procedimenti sono maggiori del 70%

EP = Etere di Petrolio

DCM = Diclorometano

EP + DCM = Etere di Petrolio + Diclorometano (75 + 25, v + v)

GPC = Gel permeation chromatography

C₁₈ = cartucce riempite con octadecil silice

NR₄⁺ = cartucce riempite con silice-ammina quaternaria.

+ = applicabile

- = non applicabile

+ - = comportamento ancora non ben definito

Vuoto = manca sperimentazione

C.5 TECNICHE DI DETERMINAZIONE

Sebbene svariate tecniche analitiche siano riportate nella vasta letteratura riguardante i residui di antiparassitari, per le metodologie multiresiduo sono principalmente in uso la gas cromatografia (GC), la cromatografia liquida ad alta prestazione (HPLC) e la gas cromatografia accoppiata alla spettrometria di massa (GC/MS).

C.5.1 Gas Cromatografia

Gran parte dei principi attivi finora introdotti nell'uso è costituito da composti di non elevato peso molecolare, stabili termicamente e dotati di sufficiente volatilità; questo ha fatto sì che la gas cromatografia si presentasse come "tecnica di elezione" per l'analisi di residui di antiparassitari.

C.5.1.1 Sistemi di iniezione

Tutti i sistemi di iniezione normalmente utilizzati in gas cromatografia ben si prestano per la determinazione dei residui di antiparassitari.

Gli iniettori possono essere split-splitless, PTV (programmed temperature vaporizer), on-column a freddo, SPI (Septum purged Programmable Injector).

C.5.1.2 Colonne cromatografiche

E' consigliabile orientarsi sulla cromatografia capillare con colonne in silice fusa dal diametro interno di 0.25, 0.32 o 0.53 mm, lunghezza variabile da 15 a 60 m e spessore del film da 0.1 fino a circa 1.0 μm a seconda del diametro interno, costituito da fase apolare o mediamente polare quale metil silicone, fenil silicone o ciano propil fenil silicone.

C.5.1.3 Rivelatori

Tra i rivelatori maggiormente utilizzati rientrano:

- Rivelatore a cattura di elettroni (ECD). Sensibile ai composti alogenati ed in generale a strutture elettrofile.
- Rivelatore termoionico (TSD o NPD). Selettivo per composti contenenti azoto e fosforo.
- Rivelatore fotometrico (FPD). Selettivo per composti contenenti zolfo o fosforo in funzione del filtro interposto tra fiamma e fotomoltiplicatore.
- Rivelatore a selezione di massa (MS).

C.5.1.4 Determinazione quali-quantitativa

C.5.1.4.1 Analisi qualitativa

L'identificazione degli eventuali principi attivi presenti negli estratti dei campioni è effettuata sulla base del tempo di ritenzione, o meglio del tempo di ritenzione relativo o dell'indice di ritenzione.

E' bene iniettare estratti quanto più possibile purificati per evitare possibili effetti della matrice sul tempo di ritenzione e anche potenzialmente sulla risposta del rivelatore nei casi in cui i componenti non rivelati, coeluendo con un picco di interesse, possano alterare il fattore di risposta di quest'ultimo.

Vedi punto C.5.4 per le procedure analitiche di conferma.

C.5.1.4.2 Analisi quantitativa.

E' essenziale in questa fase della procedura di dosaggio l'uso di curve di calibrazione costruite nell'intervallo di linearità del principio attivo oggetto di analisi, utilizzando la tecnica dello standard interno (preferibilmente) o esterno, fatti salvi gli accorgimenti di cui ai punti 3.3.6.1, 3.3.6.2, 3.3.6.3 del documento sulle BPL ("Linee guida per l'assicurazione e il controllo della qualità nell'analisi di residui di prodotti fitosanitari" a cura del Gruppo per i metodi di analisi dei residui di antiparassitari della Commissione Interregionale Igiene Alimenti e Bevande).

C.5.2 Cromatografia liquida ad alta prestazione

Questa tecnica trova applicazione nel dosaggio di molecole organiche soprattutto per quelle strutture che presentano elevato peso molecolare, degradabilità termica o spiccata polarità.

C.5.2.1 Colonne cromatografiche

Normalmente vengono utilizzate colonne a fase inversa C_8 o C_{18} o colonne polimeriche dal diametro di 4.6 mm e lunghe 25 cm; in casi particolari trovano applicazione colonne a base di silice, Si (ciano) e Si (diolo).

C.5.2.2. Rivelatori

Così come per la gas cromatografia, anche nella cromatografia liquida ad alta prestazione sono stati sviluppati ed impiegati diversi tipi di rivelatori tra i quali, in ordine di prevalente impiego, i rivelatori UV/Visibile (UV Detector) a lunghezza d'onda variabile, i rivelatori a serie di diodi, dove si monitorizza in continuo tutto il campo di scansione dell'ultravioletto e i fluorimetri per la rivelazione e la determinazione di composti fluorescenti.

C.5.2.3 Determinazione quali-quantitativa

C.5.2.3.1 Analisi qualitativa

L'identificazione dei principi attivi presenti negli estratti di campioni avviene in base ai tempi di ritenzione e/o ai tempi. Vedi punto C.5.4 per la successiva procedura analitica di conferma.

C.5.2.3.2 Analisi quantitativa

vedi punto C.5.1.4.2

C.5.3 Gas cromatografia/Spettrometria di massa

Quest'ultima tecnica ha assunto in questi ultimi anni un ruolo fondamentale nel dosaggio delle molecole cromatografabili. Si presta infatti, attraverso il monitoraggio di singoli ioni specifici, all'analisi di composti in tracce, mentre, attraverso l'acquisizione in "scan", l'identificazione dei principi attivi risulta univoca.

C.5.3.1 Sistemi di iniezione

Vedi punto C.5.1.1

C.5.3.2 Colonne cromatografiche

Vedi punto C.5.1.2

C.5.3.3 Rivelatori

Rivelatori a selezione di massa quadrupolari o del tipo Ion Trap.

C.5.3.4 Determinazione quali-quantitativa

C.5.3.4.1 Analisi qualitativa.

Vedi punto C.5.1.4.1

C.5.3.4.2 Analisi quantitativa

Questa tecnica permette di operare in modo selettivo sugli ioni caratteristici dei vari principi attivi. In quest'ottica si consiglia di effettuare la determinazione con gli stessi criteri analitici della gas cromatografia ricorrendo agli ioni caratteristici ed evitando la scelta di frammenti interferiti, sfruttando in questa fase masse relativamente alte e/o rapporti isotopici abbondanti. Si consiglia, se possibile, l'uso della tecnica della diluizione isotopica.

C.5.4 Conferma analitica

La presenza di eventuali principi attivi riscontrati sui campioni mediante una delle tecniche descritte va confermata mediante una tecnica basata su meccanismi di separazione diversi e/o tecniche di rivelazione diverse. Maggiore è il numero di procedimenti di identificazione utilizzati, maggiore sarà il grado di affidabilità. (vedi "Linee guida per l'assicurazione e il controllo della qualità nell'analisi di residui di prodotti fitosanitari" Gruppo metodi di analisi per i residui di prodotti fitosanitari della Commissione Interregionale Igiene Alimenti e Bevande).

Tabella 4 - Comportamento dei principi attivi ai rivelatori

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
ACEFATE	XX	O	XX	X	XX
ALACLOR	X	XX	O	XX	XX
ALDRIN	O	XX	O	X	XX
ALODAN	O	XX	O	X	XX
ALFAMETRINA	X	XX	O	XX	XX
ALLETRINA	O	X	O	XX	XX
AMETRINA	X	O	O	XX	XX
AMITRAZ	X	O	O	XX	XX
ANILAZINA	X	XX	O	XX	XX
ATRAZINA	X	X	O	XX	XX
AZINFOS-ETILE	XX	XX	XX	XX	XX
AZINFOS-METILE	XX	XX	XX	XX	XX
AZINFOS-METILE OXON	XX	X	XX	XX	XX
BARBAN	X	X	O	XX	XX
BENALAXIL	X	O	O	XX	XX
BENDIOCARB	X	O	O	XX	XX
BENFLURALIN	X	XX	O	XX	XX
BENFURACARB	X	O	O	XX	XX
BENZOILPROP ETILE	X	XX	O	XX	XX
BENZOSSIMATO	O	O	O	XX	O
BENZTIAZURON	O	O	O	XX	O
BIFENILE	O	O	O	XX	XX
BIFENOX	X	X	O	X	XX
BITERTANOLO	X	X	O	XX	XX
BROMOFOS-ETILE	XX	XX	XX	XX	XX
BROMOFOS-METILE	XX	XX	XX	XX	XX
BROMOPROPILATO	O	XX	O	XX	XX
BUPIRIMATE	X	XX	O	XX	XX
BUTACLOR	X	XX	O	XX	XX
BUTILATE	X	O	O	X	XX
CAPTAFOLE	X	XX	O	X	XX
CAPTANO	X	XX	O	X	XX
CARBARIL	X	O	O	XX	XX
CARBENDAZIM	O	O	O	XX	O
CARBOFENOTION	XX	XX	XX	XX	XX
CARBOFURAN	X	X	O	XX	XX
CARBOSSINA	X	O	O	XX	XX
CHINOMETIONATO	XX	XX	XX	XX	XX
CIANAZINA	X	XX	O	XX	XX
CIANOFENFOS	XX	XX	XX	XX	XX
CIANOFOS	XX	XX	XX	XX	XX
CICLOATO	XX	O	O	n.d.	XX
CICLURON	X	O	O	X	XX
CIFLUTRIN	X	XX	O	XX	XX

Segue Tabella 4

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
CIMOXANIL	X	O	O	XX	XX
CIPERMETRINA	X	XX	O	XX	XX
CIPROCONAZOLO	X	XX	O	XX	XX
CLIMBAZOLO	X	X	O	XX	XX
CLORONEB	O	XX	O	X	XX
CLOROPROPILATO	O	XX	O	XX	XX
CLOROTALONIL	X	XX	O	XX	XX
CLOROXURON	O	X	O	XX	XX
CLORPIRIFOS	XX	XX	XX	XX	XX
CLORPIRIFOS-METILE	XX	XX	XX	XX	XX
CLORPROFAM	X	X	O	XX	XX
CLORTAL DIMETILE	O	XX	O	XX	XX
CLORTOLURON	O	O	O	XX	O
CLOZOLINATE	X	XX	O	XX	XX
CUMAFOS	XX	XX	XX	XX	XX
DDD op'	O	XX	O	XX	XX
DDD pp'	O	XX	O	XX	XX
DDE op'	O	XX	O	XX	XX
DDE pp'	O	XX	O	XX	XX
DDT op'	O	XX	O	XX	XX
DDT pp'	O	XX	O	XX	XX
DELTAMETRINA	X	XX	O	XX	XX
DEMETON-S-METIL-SULFONE	XX	X	XX	O	XX
DEMETON-S-METILE	XX	O	XX	X	XX
DIALIFOS	XX	XX	XX	XX	XX
DIAZINONE	XX	XX	XX	XX	XX
DICLOBENIL	X	XX	O	XX	XX
DICLOBUTRAZOLO	X	XX	O	XX	XX
DICLOFLUANIDE	X	XX	O	XX	XX
DICLOFOP-METILE	O	XX	O	XX	XX
DICLORAN	X	XX	O	XX	XX
DICLORVOS	XX	XX	XX	X	XX
DICOFOL	O	XX	O	XX	XX
DIELDRIN	O	XX	O	X	XX
DIFENILAMMINA	X	O	O	XX	XX
DIFLUBENZURON	O	O	O	XX	O
DIMETAFLOR	X	XX	O	XX	XX
DIMEFOX	XX	XX	XX	XX	XX
DIMETILAN	X	O	O	X	XX
DIMETOATO	XX	XX	XX	XX	XX
DIMETOMORF	X	X	O	X	XX
DINITRAMINA	X	XX	O	XX	XX
DINOBTON	X	X	O	XX	XX
DINOCAP	X	XX	O	XX	XX
DIOXATION	XX	XX	XX	X	XX

Segue Tabella 4

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
DISULFOTON	XX	XX	XX	X	XX
DITALIMFOS	XX	XX	XX	XX	XX
DIURON	O	O	O	XX	O
ENDOSULFAN alfa	O	XX	O	X	XX
ENDOSULFAN beta	O	XX	O	X	XX
ENDOSULFAN solfato	O	XX	O	X	XX
ENDRIN	O	XX	O	X	XX
EPTACLORO	O	XX	O	X	XX
EPTACLORO EPOSSIDO TR.	O	XX	O	X	XX
EPTC	X	O	O	n.d.	XX
EPTENOFOS	XX	X	XX	X	XX
ESACLOROBENZENE	O	XX	O	X	XX
ESACONAZOLO	X	XX	O	XX	XX
ESFENVALERATE	X	XX	O	XX	XX
ESITIAZOX	O	O	O	XX	O
ETACONAZOLO	X	XX	O	XX	XX
ETALFLURALIN	X	XX	O	XX	XX
ETIOFENCARB	X	O	O	XX	XX
ETION	XX	XX	XX	XX	XX
ETOPROFOS	XX	XX	XX	X	XX
ETIRIMOL	X	O	O	XX	XX
ETRIDIAZOLO	O	XX	O	n.d.	XX
ETOSSICHINA	X	O	O	XX	XX
FAMFUR	XX	XX	XX	XX	XX
FENAMIFOS	XX	O	XX	XX	XX
FENARIMOL	X	XX	O	XX	XX
FENCLORFOS	XX	XX	XX	XX	XX
FENFURAM	X	O	O	n.d.	XX
FENITROTION	XX	XX	XX	XX	XX
FENOSSICARB	X	O	O	XX	XX
FENPROPATRIN	X	XX	O	XX	XX
FENSON	O	XX	O	XX	XX
FENTION	XX	O	XX	XX	XX
FENTOATO	XX	XX	XX	XX	XX
FENVALERATE	X	XX	O	XX	XX
FLAMPROP ISOPROPILE	X	XX	O	XX	XX
FLUAZIFOP BUTILE	X	O	O	XX	XX
FLUCITRINATE	X	XX	O	XX	XX
FLUOTRIMAZOLO	X	XX	O	XX	XX
FLUROTIOCARB	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	XX
FLUTRIAFOL	X	XX	O	XX	XX
FLUVALINATE	X	XX	O	XX	XX
FLUORODIFEN	X	XX	O	XX	XX
FLUSILAZOLO	X	XX	O	XX	XX
FOLPET	X	XX	O	XX	XX

Segue Tabella 4

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
FONOFOS	XX	XX	XX	XX	XX
FORATE	XX	XX	XX	X	XX
FORMOTION	XX	XX	XX	XX	XX
FOSALONE	XX	XX	XX	XX	XX
FOSFAMIDONE	XX	X	XX	XX	XX
FOSMET	XX	X	XX	XX	XX
FOXIM	XX	X	XX	XX	XX
FUBERIDAZOLO	X	O	O	XX	XX
FURALAXIL	X	O	O	XX	XX
HCH beta	O	XX	O	O	XX
HCH delta	O	XX	O	O	XX
IMAZALIL	X	XX	O	XX	XX
IMIDACLOPRID	O	O	O	XX	O
IPRODIONE	X	XX	O	XX	XX
ISOFENFOS	XX	XX	XX	XX	XX
ISOPROPALIN	X	XX	O	XX	XX
ISOPROTURON	O	O	O	XX	O
LINDANO	O	XX	O	O	XX
LAMBDA CIALOTRINA	X	XX	O	XX	XX
LINURON	X	XX	O	XX	XX
MALAOXON	XX	XX	XX	X	XX
MALATION	XX	XX	XX	X	XX
METABENZTIAZURON	O	O	O	XX	O
METACRIFOS	XX	XX	XX	XX	XX
METALAXIL	X	O	O	XX	XX
METAMIDOFOS	XX	O	XX	O	XX
METAMITRON	X	X	O	XX	XX
METAZAACLOR	X	XX	O	XX	XX
METIDATION	XX	XX	XX	XX	XX
METIOCARB	X	X	O	XX	XX
METOBROMURON	X	XX	O	XX	XX
METOLAACLOR	X	XX	O	XX	XX
METOMIL	X	O	O	XX	XX
METOPROTRINA	X	O	O	XX	XX
METOSSICLORO	O	XX	O	XX	XX
METOXURON	O	O	O	XX	O
METRIBUZIN	X	XX	O	XX	XX
MEVINFOS	XX	XX	XX	XX	XX
MICLOBUTANIL	X	XX	O	XX	XX
MOLINATE	X	O	O	XX	XX
MONOCROTUFOS	XX	O	XX	XX	XX
MONOLINURON	X	X	O	XX	XX
MONURON	O	O	O	XX	O
NALED	XX	XX	XX	X	XX
NICOTINA	X	O	O	XX	XX

Segue Tabella 4

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
NEBURON	O	O	O	XX	O
NITROTAL ISOPROPILE	X	XX	O	XX	XX
NUARIMOL	X	XX	O	XX	XX
OMETOATO	XX	X	XX	X	XX
OSSIDEMETON-METILE	XX	O	XX	X	XX
OXADIAZON	XX	XX	O	XX	XX
OXADIXIL	X	X	O	XX	XX
OXIFLUORFEN	X	XX	O	XX	XX
PARAOXON	XX	XX	XX	XX	XX
PARAOXON-METILE	XX	XX	XX	XX	XX
PARATION	XX	XX	XX	XX	XX
PARATION-METILE	XX	XX	XX	XX	XX
PENCONAZOLO	X	XX	O	XX	XX
PENDIMETALIN	X	XX	O	XX	XX
PERMETRINA	O	XX	O	XX	XX
PERTANE	O	XX	O	XX	XX
PIPERONIL BUTOSSIDO	O	O	O	XX	XX
PIRAZOFOS	XX	XX	XX	XX	XX
PIRIDAFENTION	XX	XX	XX	XX	XX
PIRIDATE	O	O	O	XX	XX
PIRIMETANIL	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	XX
PIRIMICARB	X	O	O	XX	XX
PIRIMIFOS-ETILE	XX	X	XX	XX	XX
PIRIMIFOS-METILE	XX	X	XX	XX	XX
PROCIMIDONE	X	XX	O	XX	XX
PROCLORAZ	X	XX	O	XX	XX
PROFAM	X	O	O	XX	XX
PROFENOFOS	XX	XX	XX	XX	XX
PROMETON	X	O	O	XX	XX
PROMETRINA	X	O	O	XX	XX
PROPACLOR	X	XX	O	XX	XX
PROPANIL	X	XX	O	XX	XX
PROPARGITE	O	O	O	XX	XX
PROPAZINA	X	X	O	XX	XX
PROPICONAZOLO	X	XX	O	XX	XX
PROPIZAMIDE	X	XX	O	XX	XX
PROPOXUR	X	O	O	XX	XX
RABENZAZOLO	X	O	O	XX	XX
PROTIOFOS	XX	XX	XX	XX	XX
PROTOATO	XX	XX	XX	XX	XX
QUINALFOS	XX	XX	XX	XX	XX
QUIZALOFOP ETILE	X	XX	O	XX	XX
SECBUMETON	X	O	O	XX	XX
SIMAZINA	X	X	O	XX	XX
SULFOTEP	XX	X	XX	X	XX

Segue Tabella 4

PRINCIPIO ATTIVO	NPD	ECD	FPD/P	UV	GC/MS
TEFLUBENZURON	O	O	O	XX	O
TEFLUTRIN	O	XX	O	XX	XX
TEMEFOS	X	X	X	XX	XX
TEPP	XX	O	XX	O	XX
TERBUFOS	XX	X	XX	X	XX
TERBUMETON	X	O	O	XX	XX
TERBUTILAZINA	X	X	O	XX	XX
TERBUTRINA	X	O	O	XX	XX
TETRACLORVINFOS	XX	XX	XX	XX	XX
TETRADIFON	O	XX	O	XX	XX
TETRAMETRINA	X	XX	O	XX	XX
TIABENDAZOLO	X	O	O	XX	O
TIOBENCARB	X	X	O	XX	XX
TIOCARBAZIL	X	O	O	n.d.	XX
TIOFANATO-METILE	O	O	O	XX	O
TIONAZIN	XX	O	XX	XX	XX
TRIADIMEFON	X	XX	O	XX	XX
TRIADIMENOL	X	XX	O	XX	XX
TRIAZOFOS	XX	O	XX	XX	XX
TRICLORFON	XX	X	XX	O	XX
TRICLORONATO	XX	XX	XX	XX	XX
TRIETAZINA	X	O	O	XX	XX
TRIFLURALIN	X	XX	O	XX	XX
VAMIDOTION	XX	X	XX	X	XX
VINCLOZOLIN	X	XX	O	XX	XX

Note: O = non sensibile al detector;

X = sensibilita` accettabile;

XX = sensibilita` ottimale;

n.d. = dato non disponibile

NPD = Nitrogen Phosphorus Detector

ECD = Electron Capture Detector

FPD/P = Flame Photometric Detector con filtro per composti fosforati

UV = rivelatore spettrofotometrico (ultra violetto)

GC/MS = gascromatografia/spettrometria di massa

Tabella 5 - Ioni caratteristici nell'analisi gascromatografica/spettrometria di massa e lunghezza d'onda nella cromatografia liquida ad alta prestazione

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UV L2	UV L3
ACEFATE	30560-19-1	26	C ₇ H ₁₀ NO ₃ PS	183	136	94	125	183	210	222	230
ALACLOR	15972-60-8	193	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	269	160	188	146	238	210	222	230
ALDRIN	309-00-2	219	C ₁₂ H ₈ C ₆	362	66	261	263	265	210	222	230
ALODAN	2550-75-6	2077	C ₉ H ₆ C ₁₈	394	229	227	237	239	210	222	230
ALFAMETRINA	67375-30-8		C ₂₇ H ₁₉ Cl ₁ NO ₃	415	163	165	181	209	210	222	230
ALLETRINA	584-79-2	248	C ₁₉ H ₂₆ O ₃	302	123	79	107	136	230	222	210
AMETRINA	834-12-8	402	C ₉ H ₁₇ N ₃ S	227	227	212	170	185	222	230	210
AMITRAZ	33089-61-1	503	C ₉ H ₂₃ N ₃	293	121	132	162	293	210	244	264
ANILAZINA	101-05-3	685	C ₉ H ₇ Cl ₁ N ₄	274	239	241	178	180	222	230	210
ATRAZINA	1912-24-9	886	C ₆ H ₁₄ ClN ₅	215	200	202	215	217	222	230	210
AZINFOS-ETILE	2642-71-9	926	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS ₂	345	132	160	77	105	222	230	210
AZINFOS-METILE	86-50-0	926	C ₁₀ H ₁₂ N ₃ O ₃ PS ₂	317	77	160	132	105	222	230	210
AZINFOS-METILE OXON	961-22-8		C ₁₀ H ₁₂ N ₃ O ₄ PS	301	132	160	77	105	222	230	210
BARBAN	101-27-9	969	C ₁₁ H ₉ Cl ₂ NO ₂	257	153	155	222	125	210	222	230
BENALAXIL	71626-11-4	1038	C ₂₀ H ₃₃ NO ₃	325	148	206	204	176	210	222	230
BENDIOCARB	22781-23-3	1044	C ₁₁ H ₁₃ NO ₄	223	151	166	126	223	210	222	230
BENFLURALIN	1861-40-1	1048	C ₁₃ H ₁₆ F ₃ N ₃ O ₄	335	292	264	145	318	210	230	284
BENFUORACARB	82560-54-1	1050	C ₂₀ H ₃₀ N ₃ O ₅ S	410	190	163	164	144	210	222	230
BENZOILPROP-ETILE	22212-55-1		C ₁₈ H ₁₇ Cl ₂ NO ₃	365	105	77	292	201	210	222	230
BENZOSSIMATO	29104-30-1		C ₁₈ H ₁₈ ClNO ₃	363	105	77	199	201	210	230	244
BENZTIAZURON	1929-88-0		C ₃ H ₉ N ₃ OS	207					222	210	274
BIFENILE (DIFENILE)	92-52-4	3314	C ₁₂ H ₁₀	154	153	154	76	155	210	252	244
BIFENOX	42576-02-3	1228	C ₁₄ H ₉ Cl ₁ NO ₃	341	341	343	310	312	210	252	264
BIFERTANOLO	55179-31-2	1315	C ₂₀ H ₂₃ N ₃ O ₂	337	170	168	171	112	210	222	230
BROMOFOS-ETILE	4824-78-6	1419	C ₁₀ H ₁₂ BrCl ₁ O ₄ PS	392	357	359	301	303	210	222	230
BROMOFOS-METILE	2104-96-3	1419	C ₈ H ₈ BrCl ₁ O ₃ PS	364	329	331	333	125	210	222	230
BROMOPROPILATO	18181-80-1	1422	C ₁₇ H ₁₆ Br ₂ O ₃	426	339	341	183	185	210	230	222
BUPIRIMATE	41483-43-6	1484	C ₁₃ H ₂₄ N ₃ O ₃ S	316	208	273	166	316	244	230	252
BUTACLOR	23184-66-9	1498	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	311	176	160	146	118	210	222	230
BUTILATE	2008-41-5	1546	C ₁₁ H ₂₃ NOS	217	146	156	174	217	210	222	230
CAPTAFOLO	2425-06-1	1770	C ₁₀ H ₉ Cl ₁ NO ₂ S	347	79	80	92	151	210	222	205

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index 11	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS			HPLC			
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UV L2	UV L3
CAPTANO	133-06-2	1771	$C_9H_8Cl_3NO_2S$	299	79	149	117	264	210	222	205
CARBARIL	63-25-2	1789	$C_{12}H_{11}NO_2$	201	144	115	116	201	222	210	274
CARBENDAZIM (MBC)	10605-21-7	1794	$C_9H_9N_3O_2$	191					210	222	284
CARBOFENOTION	786-19-6	1827	$C_{11}H_{16}ClO_2PS_3$	342	157	159	121	153	210	222	264
CARBOFURAN	1563-66-2	1810	$C_7H_9NO_3$	221	164	149	122	121	210	205	274
CARBOSSINA	5234-68-4	1832	$C_{12}H_{11}NO_2S$	235	143	87	235	77	210	252	298
CHINOMETIONATO	2439-01-2	6933	$C_{10}H_6N_2OS_2$	234	206	234	116	148	210	252	264
CIANAZINA	21725-46-2	2692	$C_9H_{13}ClN_6$	240	225	227	172	198	222	210	230
CIANOFENFOS	13067-93-1	2697	$C_3H_4NO_2PS$	303	157	169	141	185			
CIANOFOS	2636-26-2	2266	$C_9H_{10}NO_4PS$	243	243	109	125	79			
CICLOATO	1134-23-2		$C_{11}H_{21}NOS$	215	83	154	215				
CICLURON	2163-69-1		$C_{11}H_{22}N_2O$	198	72	89	127	198	210	205	222
CIFLUTRIN	68359-37-5	2764	$C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$	433	163	165	216	199	210	222	230
CIMOXANIL	57966-95-7		$C_7H_{10}N_2O_2$	198	111	167	128	183	244	252	274
CIPERMETRINA	52315-07-8	2775	$C_{22}H_{19}Cl_3NO_3$	415	163	165	181	209	210	222	230
CIPROCONAZOLO	113096-99-4		$C_{15}H_{18}ClN_3O$	375	222	224	139	125			
CLIMBAZOLO	38083-17-9		$C_{13}H_{17}ClN_3O_2$	282	109	111	128	207			
CLORBENSIDE	103-17-3	2074	$C_{13}H_{10}Cl_3S$	268	125	127	268	270	210	222	264
CLORBUFAM	1967-16-4		$C_{11}H_{10}ClNO_2$	223	223	225	127	53	210	244	230
CLORDANO	57-74-9	2079	$C_{10}H_6Cl_8$	406	373	375	377	202			
CLORFENSON	80-33-1	6856	$C_{12}H_8Cl_2O_3S$	302	175	177	111	113	230	222	210
CLORFENVINFOS	470-90-6	2087	$C_7H_{14}Cl_3O_4P$	358	267	269	323	325	210	222	252
CLORMEFOS	24923-91-6		$C_3H_{12}ClO_2PS_2$	234	121	154	234	236	210	222	230
CLORONEB	2675-77-6		$C_8H_5Cl_3O_2$	206	191	193	206	208			
CLOROPROPILATO	5836-10-2		$C_{17}H_{16}Cl_3O_3$	338	139	141	251	253			
CLOROTALONIL	1897-45-6	2167	$C_8Cl_4N_2$	264	264	266	268	133	230	222	244
CLOROXURON	1982-47-4		$C_{15}H_{15}ClN_2O_2$	290	72	245	290		210	244	252
CLORPIRIFOS	2921-88-2	2190	$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	349	197	199	314	316	230	210	284
CLORPIRIFOS-METILE	5598-13-0	2190	$C_7H_7Cl_3NO_3PS$	321	286	288	125	109	230	210	284
CLORPROFAM	101-21-3	2188	$C_{10}H_{12}ClNO_2$	213	127	129	213	215	210	244	230
CLORTAL-DIMETILE	1861-32-1	2830	$C_{10}H_6Cl_4O_4$	330	299	301	303	332	210	222	230
CLORTOLURON	15545-48-9		$C_{10}H_{13}ClN_2O$	212	72	77	212	214	210	244	252
CLORTIAMIDE	1918-13-4		$C_7H_5Cl_3NS$	205	170	172	205	207	210	244	252

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UV L2	UV L3
CLOZOLINATE	84332-86-5		$C_{13}H_{11}Cl_2NO_3$	331	259	261	188	331	210	222	230
CUMAFOS	56-72-4	2559	$C_4H_6ClO_3PS$	362	362	364	226	228	210	235	222
DDD o,p'-	53-19-0	6134	$C_{14}H_{10}Cl_4$	318	235	237	165	199	210	230	222
DDD p,p'-	72-54-8	3049	$C_{14}H_{10}Cl_4$	318	235	237	165	199	210	244	264
DDE o,p'- (DDE 2,4'-)	3424-82-6		$C_{14}H_8Cl_4$	316	246	248	316	318	210	244	264
DDE p,p'- (DDE 4,4'-)	72-55-9		$C_{14}H_8Cl_4$	316	246	248	316	318	210	244	264
DDT o,p'- (DDT 2,4'-)	784-02-6	2832	$C_{14}H_9Cl_5$	352	235	237	165	199	210	230	222
DDT p,p'- (DDT 4,4'-)	50-29-3	2832	$C_{14}H_9Cl_5$	352	235	237	165	199	210	230	222
DELTAMETRINA	52918-63-5	2869	$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$	502	181	251	253	255	210	222	230
DEMETON-S-METILE	919-86-8	5971	$C_8H_{15}O_3PS_2$	230	88	60	109	142	210	222	230
DEMETON-S-	17040-19-6		$C_6H_{15}O_3PS_2$	262	169	109	125	79			
METILSOLFONE											
DIALIFOS	10311-84-9	2949	$C_4H_7ClNO_3PS_2$	393	208	210	173	104	222	210	230
DIAZINONE	333-41-5	2978	$C_{12}H_3N_2O_3PS$	304	179	137	152	304	210	244	252
DICLOBENIL	1194-65-6	3029	$C_7H_5Cl_2N$	171	171	173	100	136	210	222	230
DICLOBUTRAZOLO	75736-33-3	3070	$C_{13}H_{19}Cl_2N_3O$	327	270	272	159	161	210	230	205
DICLOFLUANIDE	1085-98-9	3031	$C_9H_{11}Cl_2FN_2O_2S_2$	332	123	167	224	226	210	222	230
DICLOFOP-METILE	71283-65-3		$C_6H_{14}Cl_2O_4$	340	254	256	340	342			
DICLORAN	99-30-9	3042	$C_6H_4Cl_2N_2O_2$	206	176	178	206	208	210	222	316
DICLORVOS	62-73-7	3069	$C_4H_7Cl_2OP$	220	109	185	187	220	210	222	205
DICOFOL	115-32-2	3075	$C_{14}H_9Cl_5O$	368	139	141	251	253	210	230	222
DIELDRIN	60-57-1	3093	$C_{12}H_8Cl_6O$	378	79	263	277	237	210	222	230
DIFENILAMMINA	122-39-4	3317	$C_{12}H_{11}N$	169	169	168	170	167	284	210	298
DIFLUBENZURON	35367-38-5	3128	$C_{14}H_9ClF_3N_2O_2$	310					210	264	244
DIMEFOX	115-26-4	3191	$C_4H_2FN_2OP$	154	110	154	58				
DIMETILAN	644-64-4	3253	$C_{10}H_{16}N_4O_3$	240	72	240	170	225	210	222	205
DIMETOATO	60-51-5	3209	$C_3H_2NO_3PS_2$	229	87	93	125	79			
DIMETOMORF	110488-70-5		$C_2H_2NO_3PS_2$	387	301	303	165	387			
DINITRAMINA	29091-05-2		$C_{11}H_{15}F_3N_4O_4$	322	305	307	261	232	222	274	210
DINOBTON	973-21-7	3280	$C_{14}H_{18}N_2O_7$	326	211	240	163	147			
DINOCAP	39300-45-3	3281	$C_{18}H_{22}N_2O_6$	364	69	70			210	222	252
DIOXATION	78-34-2	3296	$C_{12}H_{20}O_6P_2S_4$	456	97	125	153	270	210	222	230
DISULFOTON	298-04-4	3371	$C_8H_{15}O_3PS_3$	274	88	142	274	186	210	222	230

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index 11	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UVL2	UVL3
DITALIMFOS	5131-24-8		C ₁₂ H ₁₄ NO ₄ PS	299	130	148	102	299	222	210	230
DIURON	330-54-1	3388	C ₉ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O	232	72	232	234	215	210	252	244
α-ENDOSULFAN	959-98-7	3529	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₃ S	404	195	237	239	241	210	222	230
β-ENDOSULFAN	33213-65-3	3529	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₃ S	404	195	237	239	241	210	222	230
ENDOSULFAN solfato	1031-07-8		C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₄ S	420	270	272	274	237	222	230	210
ENDRIN	72-20-8	3533	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	378	261	263	265	243	222	222	230
EPTACLORO	76-44-8	4576	C ₁₀ H ₈ Cl ₇	370	100	270	272	274	210	222	230
EPTACLORO EPOSSIDO	1024-57-3		C ₁₀ H ₅ C ₇ O	386	183	185	253	255	210	222	230
EPTACLORO EPOSSIDO (cis)											
EPTC	759-94-4	3580	C ₉ H ₉ NOS	189	128	86	132	132	210	222	205
EPTENOFOS	23560-59-0	4585	C ₉ H ₁₂ ClO ₄ P	250	124	126	89	215	210	222	230
ESACLOROBENZENE	118-74-1	4600	C ₆ Cl ₆	282	282	284	286	142	210	222	205
ESACONAZOLO	79983-71-4		C ₁₄ H ₁₇ Cl ₃ N ₃ O	313	83	214	216	231	210	222	205
ESFENVALERATE	66230-04-4	3952	C ₂₅ H ₂₂ ClNO ₃	419	125	127	167	169	210	222	205
ETACONAZOLO	71245-23-3		C ₁₄ H ₁₅ Cl ₂ N ₃ O ₂	327	173	175	245	247	210	222	205
ETALFLURALIN	55283-68-6	3671	C ₁₃ H ₁₄ F ₃ N ₃ O ₄	333	276	316	292	254	210	222	205
ETIOFENCARB	29973-13-5		C ₁₁ H ₁₅ NO ₂ S	225	107	168	77	78	210	222	230
ETION	563-12-2	3691	C ₉ H ₁₂ O ₄ P ₂ S ₄	384	97	231	153	125	210	222	230
ETRIMOL	23947-60-6	3695	C ₁₁ H ₁₉ N ₃ O	209	166	96	209	138	210	222	210
ETOPROFOS	13194-48-4	3702	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	242	158	97	126	200	230	222	210
ETRIDIAZOLO	2593-15-9		C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	246	183	185	211	213	210	222	210
ETRIMFOS	38260-54-7	3847	C ₂ H ₂ Cl ₂ N ₂ OS	292	181	292	153	125	230	210	244
ETOSSICHIINA	91-53-2	3710	C ₁₀ H ₁₇ N ₂ O ₄ PS	217	202	174	145	217	222	230	210
EXITIAZOX	78587-05-0	4634	C ₁₄ H ₁₉ NO	352	218	125	109	93	210	252	244
FAMFUR	52-85-7	3882	C ₁₇ H ₂₁ ClN ₂ O ₂ S	352	154	303	217	260	210	222	230
FENAMIFOS	22224-92-6	3901	C ₁₀ H ₁₆ NO ₃ PS ₂	330	139	141	251	253	210	222	230
FENARIMOL	60168-88-9	3903	C ₁₃ H ₂₂ NO ₃ PS	330	139	141	251	253	210	222	230
FENCLORFOS	299-84-3	8239	C ₈ H ₈ Cl ₃ O ₃ PS	320	285	287	125	109	210	222	230
FENFURAM	24691-80-3		C ₁₂ H ₁₁ NO ₂	201	109	201	110	77	210	274	222
FENITROTION	122-14-5	3922	C ₉ H ₁₂ NO ₂ PS	277	125	109	277	260	210	230	222
FENOSSICARB	79127-80-3		C ₁₇ H ₁₉ NO ₄	301	116	88	186	77	210	230	222

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UV L2	UV L3
FENPROPATRIN	64257-84-7	3936	$C_{22}H_{33}NO_3$	349	97	181	125	265	210	222	230
FENSON	80-38-6		$C_{17}H_{19}ClO_2S$	268	77	141	268	270	222	210	230
FENTION	55-38-9	3945	$C_{10}H_{15}O_4PS_2$	278	278	125	109	169	210	252	244
FENTOATO	2597-03-7		$C_{12}H_{17}O_4PS_2$	320	274	125	121	93	210	222	230
FENVALERATE	51630-58-1	3952	$C_3H_3ClNO_3$	419	125	127	167	169	210	222	230
FLAMPROP-ISOPROPILE	52756-22-6		$C_{19}H_{19}ClFNO_3$	363	105	77	276	209	210	222	230
FLUCITRINATE	70124-77-5	4055	$C_{16}H_{13}F_2NO_4$	451	199	157	181	233	210	222	230
FLUOTRIMAZOLO	31251-03-3	379	$C_{22}H_{16}F_2N_3$	379	165	311	379	233	210	222	205
FLUTRIAFOL	76674-21-0	4135	$C_{16}H_{13}F_2N_3O$	301	123	83	164	219	210	222	222
FLUVALINATE	69409-94-5	4137	$C_{26}H_{32}ClF_2N_2O_3$	502	250	252	209	181	210	252	222
FLUORODIFEN	15457-05-3		$C_{19}H_{17}F_2N_2O_3$	328	190	162	328	296			
FLUSILAZOLO	85509-19-9	4130	$C_{16}H_{15}F_2N_3Si$	315	233	206	165	315	222	230	210
FOLPET	133-07-3	4142	$C_9H_4Cl_3NO_2S$	295	79	76	104	260	222	244	252
FONOFOS	944-22-9	4147	$C_{10}H_{15}OPS_2$	246	109	137	246	110	210	244	244
FORATE	298-02-2	7305	$C_8H_{17}O_4PS_3$	260	75	121	97	93	210	222	244
FORMATION	2540-82-1	4160	$C_8H_{12}NO_4PS_2$	257	93	125	126	170	210	222	230
FOSALONE	2310-17-0	7308	$C_{10}H_{15}ClNO_4PS_2$	367	182	184	121	97	210	230	205
FOSFAMIDONE	13171-21-6	7312	$C_{10}H_{19}ClNO_4P$	299	127	264	72	138	210	222	230
FOSMET	732-11-6	7311	$C_{11}H_{12}NO_4PS_2$	317	160	161	104	76	222	230	210
FOXIM	14816-18-3	7341	$C_{12}H_{13}N_2O_3PS$	298	77	97	129	298	298	316	210
FUBERIDAZOLO	3878-19-1		$C_{11}H_9N_3O$	184	184	156	155	129	210	264	244
FURALAXIL	57646-30-7		$C_{17}H_{19}NO_4$	301	95	242	152	301	210		
FURATIOCARB	65907-30-4		$C_{18}H_{26}S_2O_3N$	382	163	135	194	325			
α -HCH (α -BHC)	319-84-6		$C_8H_6Cl_6$	288	181	183	217	219			
β -HCH (β -BHC)	319-85-7		$C_8H_6Cl_6$	288	181	183	217	219			
δ -HCH (δ -BHC)	319-86-8		$C_8H_6Cl_6$	288	181	183	217	219			
IMAZALIL	35554-44-0	3537	$C_{14}H_{11}Cl_3N_2O$	296	215	217	173	175	210	222	205
IMIDACLOPRID	105827-78-9		$C_9H_{10}ClN_2O_2$	255					274	262	284
IODOFENFOS	18181-70-9	4925	$C_8H_6Cl_2IO_3PS$	412	377	379	125	109	210	222	230
IPRODIONE	36734-19-7	4964	$C_{13}H_{13}Cl_2N_3O_3$	329	314	316	187	189	210	222	230
ISOENFOS	25311-71-1	5055	$C_{15}H_{24}NO_4PS$	345	213	121	185	255	210	222	230
ISOPROPALIN	33820-53-0	5089	$C_{15}H_{23}N_3O_4$	309	280	238	264	309	210	252	230
ISOPROTURON	34123-59-6	5106	$C_{17}H_{18}N_2O$	206					244	210	230

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UVL2	UVL3
LINDANO (γ-HCH o γ-BHC)	58-89-9	5379	C ₈ H ₆ Cl ₆	288	181	183	217	219			
LAMBDA-CIALOTRINA	91465-08-6		C ₂₃ H ₁₉ ClF ₃ NO ₃	449	181	197	208	141			
LINURON	330-55-2	5387	C ₉ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂	248	61	248	250	160	210	252	244
MALAOXON	1634-78-2		C ₁₀ H ₁₉ O ₄ PS	314	127	99	142	195	210	222	230
MALATION	121-75-5	5382	C ₁₀ H ₁₉ O ₄ PS ₂	330	127	125	173	158	210	222	230
METABENZTIAZURON	18691-97-9	5846	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ OS	221					222	210	274
MECARBAM	2595-54-2		C ₁₀ H ₂₀ NO ₃ PS ₂	329	131	97	159	160			
METACRIFOS	30864-28-9		C ₇ H ₁₃ O ₃ PS	240	125	180	208	240			
METALAXIL	57837-19-1	5826	C ₅ H ₂ NO ₄	279	206	160	192	132	210	222	205
METAMIDOFOS	10265-92-6	5858	C ₂ H ₄ NO ₂ PS	141	94	95	141	64			
METAMITRON	41394-05-2		C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O	202	104	202	174	173			
METAZACLOR	67129-08-2		C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O	277	81	132	133	134	210	222	230
METIDATION	950-37-8	5891	C ₂ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃	302	145	85	93	125	210	222	230
METIOCARB	2032-65-7	5893	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂ S	225	168	153	109	225	210	230	205
METOBROMURON	3060-89-7	6061	C ₉ H ₁₁ BrN ₂ O ₂	258	61	258	260	170	244	252	210
METOLACLOR	51218-45-2	6067	C ₁₅ H ₂₂ ClNO ₂	283	162	238	240	146	210	222	230
METOMIL	16752-77-5	5905	C ₃ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	162	105	58	88	162	230	222	210
METOPROTRINA	841-06-5		C ₁₁ H ₂₁ N ₃ OS	271	256	213	226	271	222	230	210
METOSSICLORO	72-43-5	5913	C ₁₆ H ₁₅ Cl ₃ O ₂	344	227	152	139		210	230	210
METOXURON	19937-59-8		C ₁₀ H ₁₁ ClN ₃ O ₂	228					210	230	210
METRIBUZIN	21087-64-9	6076	C ₈ H ₁₄ N ₄ O ₃	214	198	144	182	214	210	230	210
MEVINFOS	7786-34-7	6089	C ₇ H ₁₃ O ₃ P	224	127	109	192	164	210	222	230
MICLOBUTANIL	88671-89-0	6232	C ₁₅ H ₁₇ ClN ₄	288	179	181	150	152	222	210	230
MOLINATE	2212-67-1		C ₉ H ₁₇ NOS	187	126	55	83	187	222	210	230
MONOCROTOFOS	6923-22-4	6161	C ₇ H ₁₄ NO ₃ P	223	127	109	192	223	210	222	230
MONOLINURON	1746-81-2		C ₉ H ₁₁ ClN ₂ O ₂	214	61	214	216	185	244	252	210
MONURON	150-68-5	6169	C ₉ H ₁₁ ClN ₂ O	198	72	198	200	79	244	252	210
NALED	300-76-5	6272	C ₄ H ₇ Br ₂ Cl ₂ O ₄ P	378	109	145	185	161	244	252	230
NICOTINA	54-11-5	6434	C ₁₀ H ₁₄ N ₂	162	84	133	162	161	210	222	230
NEBURON	555-37-3	6354	C ₁₂ H ₁₆ Cl ₂ N ₂ O	274	114	187	189	274	210	252	244
NITROTAL-ISOPROPILE	10552-74-6		C ₁₄ H ₁₇ NO ₆	295	236	194	212	254	222	210	230
NUARIMOL	63284-71-9		C ₁₇ H ₁₂ ClFN ₂ O	314	235	237	314	316	210	222	230

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UVL2	UVL3
OMETOATO	1113-02-6		C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	213	110	156	79	80	210	230	205
OSSIDEMETON-METILE	301-12-2		C ₆ H ₁₅ O ₄ PS ₂	242	169	109	125	142	210	222	230
OXADIAZON	19666-30-9	6860	C ₁₃ H ₁₈ Cl ₃ N ₂ O ₃	344	175	177	258	262			
OXADIXIL	77732-09-3		C ₁₇ H ₁₈ N ₂ O ₄	278	163	132	233	118	210	222	230
OXAMIL	23135-22-0	6873	C ₇ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	219	72	162	115	145	210	222	244
OXIFLUORFEN	42874-03-3	6916	C ₁₃ H ₁₁ ClF ₃ NO ₄	361	252	361	363	300	210	222	230
PARAOXON	311-45-5	6979	C ₁₀ H ₁₄ NO ₆ P	275	109	139	275	247	274	284	210
PARAOXON-METILE	950-35-6		C ₈ H ₁₀ NO ₆ P	247	109	96	230	247	274	210	298
PARATION	56-38-2	6983	C ₁₀ H ₁₄ NO ₃ PS	291	97	109	291	139	274	210	298
PARATION-METILE	298-00-0	6022	C ₈ H ₁₀ NO ₃ PS	264	109	125	263	93	210	274	284
PENCONAZOLO	66246-88-6	7026	C ₁₃ H ₁₅ Cl ₂ N ₃	283	159	161	248	250	210	230	205
PENDIMETALIN	40487-42-1	7132	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	281	252	162	192	281	244	230	210
PERMETRINA	52645-53-1	7132	C ₂₁ H ₂₆ Cl ₃ O ₃	390	183	163	165	127	210	222	230
PERTANE	72-56-0	3050	C ₁₄ H ₂₀ Cl ₂	306	223	224	165	167	210	230	222
PIPERONIL-BUTOSSIDO	51-03-6	7446	C ₉ H ₁₆ O ₃	338	176	177	194	149	210	284	205
PIRAZOFOS	13457-18-6	7976	C ₁₄ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS	373	221	232	237	373	244	252	230
PIRIDAFENTION	119-12-0		C ₁₄ H ₁₇ N ₂ O ₄ PS	340	199	340	125	188	210	230	316
PIRIDATE	55512-33-9	7981	C ₁₉ H ₁₃ ClN ₃ O ₂ S	378	205	206	207	104	210	244	252
PIRIMETANIL	43112-28-0		C ₁₂ H ₁₃ N ₃	199	198	199	200	100			
PIRIMICARB	23103-98-2	7468	C ₁₁ H ₁₆ N ₂ O ₂	238	166	72	238	123	244	252	210
PIRIMIFOS-ETILE	23505-41-1	7469	C ₁₃ H ₂₄ N ₃ O ₃ PS	333	333	318	304	166	244	252	210
PIRIMIFOS-METILE	29232-93-7	7469	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS	305	290	276	305	233	244	252	210
PROCIMIDONE	32809-16-8	7772	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂	283	96	67	283	285	210	222	230
PROCLORAZ	67747-09-5	7767	C ₁₅ H ₁₆ Cl ₂ N ₃ O ₂	375	144	130	145	102			
PROFAM	122-42-9	7828	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	179	93	179	137	120	230	222	210
PROFENOFOS	41198-08-7		C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	372	206	208	139	339	210	222	205
PROMEACARB	2631-37-0	7794	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	207	135	150	115	77			
PROMETON	1610-18-0	7799	C ₁₀ H ₁₉ N ₃ O	225	210	225	183	168			
PROMETRINA	7287-19-6	7800	C ₁₀ H ₁₉ N ₃ S	241	184	241	226	199			
PROPACLOR	1918-16-7	7805	C ₁₁ H ₁₄ ClNO	211	120	176	211	213	222	230	210
PROPANIL	709-98-8	7814	C ₉ H ₉ Cl ₂ NO	217	161	163	171	219	210	252	244
PROPARGITE	2312-35-8	7818	C ₁₉ H ₂₆ O ₄ S	350	135	173	201	350	222	210	230
PROPAZINA	139-40-2	7822	C ₃ H ₁₆ ClN ₃	229	214	216	229	231	222	230	210

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index II	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UV L2	UV L3
PROPRICONAZOLO	60207-90-1	7830	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₂	341	173	175	259	261	210	222	205
PROPIZAMIDE	23950-58-5	7886	C ₁₇ H ₁₁ Cl ₂ NO	255	173	175	255	257	210	222	230
PROPOXUR	114-26-1	7849	C ₁₁ H ₁₅ NO ₃	209	110	152	111		210	222	274
PROTIOFOS	34643-46-4		C ₁₀ H ₁₅ Cl ₃ O ₃ PS ₂	344	113	162	164	309			
PROTOATO	2275-18-5		C ₉ H ₂₀ NO ₃ PS ₂	285	115	97	121	285	210	222	205
QUINALFOS	13593-03-8	8108	C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₃ PS	298	146	157	156	298	210	244	222
QUINTOZENE	82-68-8		C ₈ Cl ₃ NO ₃	293	293	295	297	237			
QUIZALOFOP-ETILE	76578-14-8	8113	C ₁₉ H ₁₇ ClN ₂ O ₄	372	299	301	372	374	210	230	244
RABENZAZOLO	40341-04-6		C ₁₂ H ₁₂ N ₄	212	212	170	118	195	210	284	252
SECBUMETON	26259-45-0		C ₁₀ H ₁₉ N ₃ O	225	196	169	210	210	222	230	210
SIMAZINA	122-34-9	8485	C ₈ H ₁₂ ClN ₅	201	201	203	186	188	210	222	205
SULFOTEP	3689-24-5	8945	C ₈ H ₂₀ O ₆ P ₂ S ₂	322	322	202	238	266	210	222	205
TEBUCONAZOLO	107534-96-3		C ₁₆ H ₂₂ ClN ₃ O	308	125	127	260	252	210	222	252
TEFLUBENZURON	83121-18-0		C ₁₄ H ₆ Cl ₂ F ₄ N ₃ O ₂	380	177	197	199	127	210	222	252
TEFLUTRIN	79538-32-2		C ₁₇ H ₁₄ ClF ₂ O ₂	418	466	125	93	203	210	222	252
TEMEFOS	3383-96-8	9075	C ₁₆ H ₂₀ O ₆ P ₂ S ₃	466	466	125	93	203	210	222	252
TEPP	107-49-3	9138	C ₈ H ₂₀ O ₇ P ₂	290							
TERBUFOS	13071-79-9	9088	C ₉ H ₂₁ O ₃ PS ₃	288	231	153	288	186	210	222	230
TERBUMETON	33693-04-8		C ₁₀ H ₁₉ N ₃ O	225	169	210	154	225	222	210	230
TERBUTILAZINA	5915-41-3		C ₉ H ₁₆ ClN ₅	229	214	216	173	175	222	230	210
TERBUTRINA	886-50-0		C ₁₀ H ₁₉ N ₃ S	241	185	226	170	241	222	230	210
TETRACLORVINFOS	22248-79-9	8777	C ₁₀ H ₉ Cl ₄ O ₄ P	364	329	331	333	109	210	222	230
TETRADIFON	116-29-0	9132	C ₁₂ H ₆ Cl ₂ O ₂ S	354	354	356	159	161	210	230	252
TETRAMETRINA	7696-12-0	9154	C ₁₉ H ₂₅ NO ₄	331	164	123	81	79	222	210	230
TIABENDAZOLO	148-79-8	9217	C ₁₀ H ₇ N ₃ S	201	161	174	202	129	210	298	244
TIOBENCARB	28249-77-6		C ₁₂ H ₁₆ CINOS	257	100	72	125	257	210	222	230
TIOCARBAZIL	36756-79-3		C ₁₆ H ₂₃ NOS	279	91	100	156	279	210	230	264
TIOFANATO-METILE	23564-05-8	9282	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S ₂	342	160	192	309	342	264	274	210
TIONAZIN	297-97-2	9275	C ₄ H ₃ N ₃ O ₃ PS	248	97	107	143	192	210	230	284
TIRAM	137-26-8	9304	C ₈ H ₁₂ N ₂ S ₄	240					210	222	230
TOLCLOFOS-METILE	57018-04-9		C ₉ H ₁₁ Cl ₃ O ₃ PS	300	265	267	125	93	210	222	230
TRIADIMEFON	43121-43-3	9507	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	293	57	208	210	128	222	210	230
TRIADIMENOL	55219-65-3	9508	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₃ O ₂	295	112	168	128	130	222	230	210

segue Tabella 5

PRINCIPIO ATTIVO	NUMERO CAS	Merck Index 11	FORMULA BRUTA	PESO MOL.	GC/MS				HPLC		
					Ione1	Ione2	Ione3	Ione4	UV L1	UVL2	UVL3
TRIAZOFOS	24017-47-8		C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS	313	161	162	172	257	244	252	210
TRICLORFON	52-68-6	9536	C ₇ H ₆ Cl ₃ O ₂ P	256	79	109	110	139	210	222	205
TRICLORONATO	327-98-0		C ₁₀ H ₁₂ Cl ₃ O ₂ PS	332	109	269	271	297	210	222	230
TRIFLURALIN	1582-09-8	9598	C ₁₃ H ₁₆ F ₃ N ₃ O ₄	335	306	264	307	206	210	230	274
TRIFLAZINA	1912-26-1	9580	C ₉ H ₁₆ ClN ₃	229	200	202	186	188			
VAMIDOTION	2275-23-2		C ₈ H ₁₆ NO ₂ PS ₂	287	87	145	109	58	210	222	205
VINCLOZOLIN	50471-44-8	9890	C ₁₇ H ₂₇ Cl ₂ NO ₃	285	212	214	285	287	210	222	230

NOTA: a) Gli ioni sono stati scelti in base a:

1 - sono stati selezionati gli ioni più abbondanti purchè di massa sufficientemente alta (quando possibile)

2 - se sono presenti clusters isotopici è stata scelta la coppia M/M+2 in modo da avere anche la conferma e/o verifica del rapporto isotopico;

3 - i quattro ioni caratteristici indicati nella tabella sono ordinati secondo intensità decrescente, cioè abbondanza ione1>ione2>ione3>ione4

b) La lunghezza d'onda principale per 'UV è la prima; le altre sono in ordine decrescente di sensibilità. $\lambda = 205$ nm, anche se più sensibile, è sempre riportata come terza scelta, in quanto poco utilizzabile nei campioni vegetali. Le lunghezze d'onda sono state selezionate con il criterio descritto tra le seguenti: 205 nm, 210 nm, 222 nm, 230 nm, 244 nm, 252 nm, 264 nm, 274 nm, 284 nm, 298 nm, 316 nm.

CAS = Chemical Abstracts Service

GC/MS = gascromatografia / Spettrometria di massa

HPLC = High Performance Liquid Chromatography

UV L = Rivelatore UV e lunghezza d'onda selezionata

*Direttore dell'Istituto Superiore di Sanità
e Responsabile scientifico: Giuseppe Benagiano*

Direttore responsabile: Vilma Alberani

*Stampato dal Servizio per le attività editoriali
dell'Istituto Superiore di Sanità, Viale Regina Elena, 299 - 00161 ROMA*

*La riproduzione parziale o totale dei Rapporti e Congressi ISTISAN
deve essere preventivamente autorizzata.*

Reg. Stampa - Tribunale di Roma n. 131/88 del 1° marzo 1988

Roma, settembre 1997 (n. 3) 3° Suppl.

*La responsabilità dei dati scientifici e tecnici
pubblicati nei Rapporti e Congressi ISTISAN è dei singoli autori*