

RESIDUI DI INSETTICIDI ORGANOFOSFORICI NELLE ARANCE

G. MARANO¹, F. CONTI¹, A. DINATALE¹, G. ZAFFUTO¹
E. BORDONARO², C. RUDILOSSO², C. CAMPISI², E. CAPPELLANI²

¹ Osservatorio per le Malattie delle Piante, Corso Umberto 114, 95024 Acireale (CT)

² Ce.Fi.T., Viale Lido 108-A, 96012 Avola (SR)

Riassunto

Nel biennio 1994-95, sono state condotte prove sperimentali di campo per la valutazione del comportamento residuale di cinque tra i principali insetticidi organofosforici impiegati in agrumicoltura. Sono stati studiati i p.a. chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, methidathion, parathion-methyl, quinalphos, applicati, da soli o in miscela con olio minerale, su cultivar precoci e tardive di arancio. I risultati della sperimentazione hanno evidenziato l'elevata persistenza di methidathion, parathion-methyl e quinalphos, i cui valori residuali, allo scadere dei rispettivi intervalli di sicurezza, sono sempre risultati al di sopra dei limiti legali. Residui irregolari di methidathion e quinalphos sono stati registrati anche a 188 giorni dal trattamento. Residui significativamente più elevati di queste molecole sono stati riscontrati nelle tesi che prevedevano la loro miscela con olio minerale. Chlorpyrifos e chlorpyrifos-methyl hanno evidenziato una rapida degradazione, con valori di residuo, in coincidenza dei rispettivi intervalli di sicurezza, entro i limiti di legge. Nessun residuo dei p.a. saggiati è stato rilevato alla raccolta, nella polpa dei frutti.

Parole chiave: residui, insetticidi, organofosforici, agrumi.

Summary

RESIDUES OF ORGANOPHOSPHOROUS INSECTICIDES IN ORANGE FRUITS

A two years field trial was carried out to evaluate the residues of five organophosphorous insecticides (chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, methidathion, parathion-methyl, quinalphos) widely employed in italian citriculture. At recommended pre-harvest interval, the residues of methidathion, parathion-methyl and quinalphos were higher than maximum residue level. Residues of methidathion and quinalphos exceeding the legal limits were also found after 188 days from application. Combination of a.i. with oil resulted in a higher level of residues. Residues of chlorpyrifos and chlorpyrifos-methyl were below tolerances at recommended P.H.I. No determinable residues of studied a.i. were found in the edible portion of fruits at harvest.

Key words: residues, insecticides, organophosphorous, orange fruits.

Introduzione

Il contenimento dei principali fitofagi degli agrumi è stato, fino ad un recente passato, quasi esclusivamente basato sulla adozione della lotta chimica "a calendario" effettuata utilizzando in prevalenza molecole di sintesi a largo spettro di azione (Vacante, 1988).

L'accresciuta attenzione dei consumatori verso la qualità igienico-sanitaria dei prodotti ortofrutticoli e le condizioni di crisi stagnante in cui versa il settore, hanno portato negli ultimi anni ad una sensibile riduzione dell'impiego di fitofarmaci nel comparto agrumicolo.

Tuttavia, in virtù della loro elevata efficacia di azione, gli insetticidi organofosforici continuano a trovare largo impiego, soprattutto per il contenimento di fitofagi-chiave quali *Aonidiella aurantii* (Mask.), *Planococcus citri* (Risso), ecc. Ciò determina, sempre più frequentemente, preoccupazione in ordine al loro impatto sulla fauna utile ed ai possibili riflessi negativi sulla qualità igienico sanitaria delle produzioni (Nucifora *et al.*, 1994).

I risultati del II anno di attuazione della Rete nazionale di monitoraggio sui residui di fitofarmaci avviata dal MiRAAF, hanno evidenziato rilevanti irregolarità su arancio, dovute

esclusivamente alla presenza di residui di organofosforici (methidathion, parathion-methyl, quinalphos) oltre i limiti di legge (Imbroglini *et al.*, 1995). Le schede dei trattamenti che accompagnavano i campioni risultati irregolari indicavano che sia i tempi di carenza che le dosi di applicazione dei diversi p.a. erano stati rispettati.

Tenuto conto della importanza rivestita dalla qualità igienico-sanitaria per la collocazione delle produzioni agrumicole sui mercati nazionali ed esteri e della necessità di verificare sperimentalmente le risultanze dell'indagine conoscitiva condotta nell'ambito della Rete nazionale di monitoraggio, sono state effettuate prove sperimentali per la valutazione del comportamento residuale di 5 (chlorphyriphos, chlorphyriphos-methyl, methidathion, parathion-methyl, quinalphos) tra i principali insetticidi organofosforici utilizzati in agrumicoltura.

Materiali e metodi

Prove di campo

Le prove sono state condotte negli anni 1994 e 1995. Nel 1994 la prova è stata condotta presso un agrumeto sito in agro di Centuripe (CT), su arancio cv Valencia (sesto d'impianto 6x4 m; anno d'impianto 1985.)

Nel 1995 la prova è stata condotta in un agrumeto sito in agro di Lentini (SR), su arancio cv Navelina (sesto d'impianto 6x4 m; anno d'impianto 1987).

Si è utilizzato uno schema sperimentale a blocchi randomizzati con tre replicazioni. Ogni parcella era costituita da tre piante in singola fila. Per evitare eventuali fenomeni di deriva i tre gruppi e le singole parcelle erano separati, rispettivamente, da filari e piante guardia.

I trattamenti sono stati effettuati con atomizzatore a spalla, usando i diversi p.a. alle dosi massime riportate in etichetta per la coltura. Le piante venivano irrorate fino al gocciolamento, distribuendo in media 3.5 l/pianta di soluzione. Il testimone è stato trattato con sola acqua. I principi attivi utilizzati, le dosi d'impiego e le epoche di prelievo dei campioni relativi ai due anni di sperimentazione sono riportati nelle tabelle 1 e 2.

I trattamenti sono stati effettuati il 27/10/94 nel primo anno di prova e il 05/08/95 nel secondo.

Tab. 1 Prova 1994-95: p.a., dosi d'impiego ed epoche prelievo campioni

Tesi	Dose di impiego p.c. (ml/hl)	% p.a.	Prelievo campioni								
			T0	T10	T21	T30	T40	T60	T80	T120	T188
methidathion (1)	300	19	x	x	x		x		x	x	x
methidathion + olio min.	300 1200	19 80	x	x	x		x		x	x	x
quinalphos (1)	150	25	x	x	x		x		x	x	x
quinalphos + olio min.	150 1200	25 80	x	x	x		x		x	x	x
chlorpyriphos	110	40.8	x			x		x		x	
chlorpyriphos + olio min.	110 1200	40.8 80	x			x		x		x	
testimone	-	-	x								

(1)= + bagnante-adesivante "Agral" alla dose di 40 ml/hl; x = prelievo campioni

Tab. 2 Prova 1995: p.a., dosi d'impiego, epoche prelievo campioni

Tesi	Dose di impiego p.c. (ml/hl)	% p.a.	Prelievo campioni									
			T0	T7	T10	T15	T21	T30	T40	T60	T80	T94
methidathion (1)	300	19	x		x		x		x		x	x
parathion-methyl (1)	350	19	x		x		x		x		x	x
quinalphos (1)	150	25	x		x		x		x		x	x
chlorpiryphos methyl (1)	250	22,1	x	x		x		x		x		x
testimone	-	-	x									

(1)= + bagnante-adesivante "Agral" alla dose di 40 ml/hl; x = prelievo campioni

I campioni da analizzare sono stati raccolti in epoche successive. I primi tre prelievi sono stati effettuati rispettivamente: alla fine del trattamento (pianta asciutta); a ½ dell'intervallo di sicurezza ed allo scadere dell'intervallo di sicurezza (entro le 24 ore successive). L'ultimo prelievo è stato effettuato in corrispondenza della maturazione commerciale delle produzioni.

I campioni elementari da analizzare erano costituiti da 12 frutti per ogni ripetizione prelevati dall'interno e dall'esterno della chioma delle tre piante che costituivano la parcella. In coincidenza dei prelievi si è registrato il diametro ed il peso medio dei frutti (tabelle 9 e 10). I dati relativi alla piovosità sono stati registrati con pluviometri posizionati nei campi sperimentali. Per i dati relativi a temperatura e umidità relativa si è fatto riferimento a stazioni meteorologiche site in prossimità dei due campi (tabelle 7 e 8).

Metodologia analitica

I campioni sono stati ridotti in laboratorio tagliando ogni singola arancia longitudinalmente in due parti uguali e prelevando solo una delle due parti. Per i campioni raccolti in coincidenza della maturazione commerciale, al fine di determinare anche l'eventuale presenza di residui sulla sola polpa, dopo il taglio delle arance e separazione delle due parti si è proceduto per uno dei due lotti alla sbucciatura dei frutti. Per l'analisi dei campioni si è seguita una tecnica multiresiduale già ampiamente sperimentata per un considerevole numero di principi attivi (Ambrus *et al.*, 1981). Il campione è stato prima frantumato ed omogeneizzato in un apposito omogeneizzatore ad impulsi. Ne sono quindi stati prelevati g 100, che sono stati sottoposti ad estrazione con acetone mediante ulteriore omogeneizzazione e trattamento con ultrasuoni. Si è effettuata la filtrazione ed il filtrato è stato sottoposto, in un imbuto separatore, a tre estrazioni liquido-liquido con metilene cloruro. Gli estratti organici sono stati filtrati su solfato di sodio anidro, portati a secco con idoneo evaporatore a bassa temperatura e ripresi con una quantità nota di una miscela cicloesano-acetato di etile. Si è proceduto quindi ad una purificazione mediante la tecnica di "gel permeation" per eliminare qualunque interferenza dovuta alla matrice e si sono analizzati gli estratti per via gas-cromatografica. La tecnica suddetta permette di determinare i principi attivi presi in esame, con un recupero superiore al 95%. L'analisi cromatografica è stata condotta con una strumentazione bicanale (sistema NORDION-Labservice), con rilevatori selettivi per composti azoto-fosfororganici (A.T.D.) e clorurati (ECD). Tale sistema ha permesso di elevare la sensibilità di rilevazione dei p.a. ricercati da 0,01 ppm a 0,005 ppm, con ottima riproducibilità dei dati analitici. La taratura del sistema nel suo complesso è stata effettuata eseguendo prove di recupero, aggiungendo ad una matrice pulita quantità note dei p.a. da ricercare, in modo da ottenere livelli di concentrazione pari al limite di legge, al doppio e al triplo dello stesso. La strumentazione, in particolare, è stata tarata mediante l'analisi ripetuta degli standard, con i quali si tiene sempre aggiornata la "banca dati" del sistema computerizzato di elaborazione.

Risultati e discussione

Prova 1994-95 (arancio cv Valencia late)

methidathion

Nella tabella 3 vengono riportati i risultati relativi al decadimento del methidathion impiegato da solo e con l'aggiunta di olio minerale bianco. Si evidenzia innanzitutto l'elevata persistenza nel frutto intero del p.a. saggiato. A T21 (intervallo di sicurezza + 24 ore) il residuo rilevato era, in entrambe le tesi, abbondantemente al di sopra del limite legale di tolleranza (0.2 ppm), e tale si è mantenuto sino alla maturazione commerciale dei frutti (188 giorni dal trattamento). Da T80 in poi il decadimento del residuo è risultato particolarmente lento. Al rilievo finale, comunque, non sono stati riscontrati residui nella polpa. L'additivazione con olio minerale bianco ha determinato un aumento statisticamente significativo della persistenza del p.a.

Tab. 3 Decadimento dei residui di methidathion nelle arance (1994-95)
(valori espressi in ppm)

TESI	T0	T10	T21	T40	T80	T120	T188	T188 (polpa)
methidathion	2,92 a	2,15 a	1,23 a	1,18 a	0,63 a	0,53 a	0,44 a	n.r.
D.S.	(0,18)	(0,05)	(0,14)	(0,09)	(0,01)	(0,03)	(0,07)	
methidathion + olio min.	3,37 a	2,37 b	1,92 b	1,81 b	0,85 b	0,76 b	0,67 b	n.r.
D.S.	(0,87)	(0,15)	(0,10)	(0,14)	(0,05)	(0,04)	(0,08)	

Sul testimone è stato rilevato a T0 un valore di residuo pari a 0 ppm.

I valori seguiti da lettere diverse sono statisticamente differenti (test della DMS, per P = 0,05)

quinalphos

Anche per questo p.a. i dati mostrano un'elevata persistenza nei frutti di arancio (tab. 4). I valori di residuo riscontrati a T188 erano pari al doppio del limite legale (0,1 ppm). Nella tesi con olio il residuo del p.a. si è mantenuto statisticamente più elevato sino a T120. Si conferma l'assoluta assenza di residui nella polpa al momento della raccolta (T188).

Tab. 4 Decadimento dei residui di quinalphos nelle arance (1994-95)
(valori espressi in ppm)

TESI	T0	T10	T21	T40	T80	T120	T188	T188 (polpa)
quinalphos	1,11 a	0,62 a	0,45 a	0,39 a	0,30 a	0,27 a	0,20 a	n.r.
D.S.	(0,12)	(0,05)	(0,05)	(0,03)	(0,02)	(0,02)	(0,05)	
quinalphos + olio min.	1,65 b	0,87 b	0,56 b	0,52 b	0,44 b	0,30 b	0,26 a	n.r.
D.S.	(0,05)	(0,09)	(0,05)	(0,04)	(0,04)	(0,02)	(0,02)	

Sul testimone è stato rilevato a T0 un valore di residuo pari a 0 ppm.

I valori seguiti da lettere diverse sono statisticamente differenti (test della DMS, per P = 0,05)

chlorpyrifos

I dati relativi a questo p.a. mostrano un rapido decadimento, con valori di residuo conformi ai limiti legali (0,3 ppm). L'aggiunta di olio minerale non ha determinato, in nessuna epoca di campionamento, una differenza significativa nel livello dei residui rilevati.

Tab. 5 Decadimento dei residui di chlorpyrifos nelle arance (1994-95)
(valori espressi in ppm)

TESI	T0	T30	T60	T120
chlorpyrifos	1,32 a	0,32 a	0,20 a	0,07 a
D.S.	(0,23)	(0,10)	(0,03)	(0,01)
chlorpyrifos + olio min.	1,19 a	0,26 a	0,18 a	0,11 a
D.S.	(0,72)	(0,05)	(0,04)	(0,02)

Sul testimone è stato rilevato a T0 un valore di residuo pari a 0 ppm.

I valori seguiti da lettere diverse sono statisticamente differenti (test della DMS, per P = 0,05)

Prova 1995 (arancio cv Navelina)

methidathion

I risultati del secondo anno di prova, effettuata su una cultivar precoce, hanno confermato l'elevata persistenza del p.a (tab. 6). Il valore del residuo nel frutto intero, in corrispondenza della maturazione commerciale (T94), era assimilabile a quello riscontrato sulla cultivar tardiva a 188 gg dal trattamento. Si evidenzia anche in questo caso l'assenza di residui nella polpa al campionamento conclusivo.

parathion-methyl

I dati esposti in tabella, evidenziano l'elevata persistenza di questa molecola. A T21 (corrispondente all'intervallo di sicurezza + 24 ore) il valore del residuo nel frutto intero era pari a circa quattro volte il limite di tolleranza (0,20 ppm). In corrispondenza della maturazione commerciale (T94) il valore di residuo si è attestato su livelli ancora superiori, seppure prossimi, al limite di tolleranza.

quinalphos

Il decadimento di questa molecola nei frutti di arancio "Navelina" è paragonabile a quello registrato nella prova precedente su una varietà tardiva (tab.6). Infatti, a T21 (intervallo di sicurezza) il livello di residuo registrato era quadruplo rispetto al limite legale. Anche in questo secondo test, in corrispondenza della maturazione commerciale, non sono stati rilevati residui nella polpa.

chlorpyrifos-methyl

Questo p.a. mostra un rapido decadimento nei frutti di arancio (tab.6). A T15 (tempo di carenza) il livello del residuo era considerevolmente inferiore al limite di tolleranza (0,3 ppm). Le analisi effettuate hanno evidenziato che già a T7 il livello di residuo nel frutto intero era ampiamente entro i limiti di legge. A partire da T30 il p.a. era rilevabile solo in tracce.

Tab. 6 Decadimento dei residui di methidathion, parathion-methyl, quinalphos e chlorpyriphos-methyl nelle arance (1995) (valori espressi in ppm)

TESI	T0	T10	T21	T40	T80	T94	T94 (polpa)
methidathion	2,60	2,03	1,13	0,86	0,72	0,46	n.r.
D.S.	(0,20)	(0,25)	(0,21)	(0,07)	(0,01)	(0,08)	
parathion-methyl	1,65	1,43	0,81	0,63	0,50	0,25	n.r.
D.S.	(0,09)	(0,09)	(0,05)	(0,07)	(0,02)	(0,05)	
quinalphos	1,20	0,90	0,45	0,30	0,20	0,18	n.r.
D.S.	(0,20)	(0,10)	(0,03)	(0,02)	(0,02)	(0,03)	
TESI	T0	T7	T15	T30	T60	T94	T94 (polpa)
chlorpyriphos methyl	0,46	0,21	0,12	0,07	0,06	0,05	n.r.
D.S.	(0,09)	(0,05)	(0,02)	(0,01)	(0,02)	(0,02)	

Sul testimone è stato rilevato a T0 un valore di residuo pari a 0 ppm.

Dall'analisi dei dati sperimentali acquisiti si evince come in corrispondenza dei rispettivi tempi di carenza, methidathion, parathion-methyl e quinalphos, abbiano fatto registrare valori di residuo sensibilmente più elevati di quelli previsti dalla normativa nazionale vigente.

Tali valori si sono mantenuti oltre i limiti legali fino alla maturazione commerciale delle produzioni (188 e 94 gg dal trattamento rispettivamente nei due anni di sperimentazione.)

Analoghi risultati vengono riportati da DUPUIS (1975), NUCIFORA *et al.* (1992), CABRAS *et al.* (1995) relativamente a methidathion e da RUSSO *et al.* (1983), relativamente a parathion-methyl.

CABRAS *et al.* (1995), impiegando dosi sensibilmente più basse, allo scadere dell'intervallo di sicurezza ha registrato residui di quinalphos su arancio non sempre entro i limiti di legge, e valori regolari per parathion-methyl. Valori di residuo sensibilmente più elevati sono stati registrati nelle tesi methidathion + olio e quinalphos + olio, confermando anche per questi organofosforici l'azione "protettiva" esercitata dall'olio minerale bianco (Di Martino *et al.* 1978). Assai rapida è risultata la degradazione di chlorpyriphos e chlorpyriphos-methyl, molecole per le quali si sono registrati allo scadere dell'intervallo di sicurezza, valori ampiamente entro i limiti di legge. Analogo comportamento per chlorpyriphos-methyl è stato osservato in diverse ricerche (FAO/WHO, 1991; Cabras *et al.*, l.c.).

L'assenza di residuo nei campioni sbucciati analizzati in corrispondenza della maturazione commerciale, conferma che gli organofosforici trovano, negli agrumi, sede elettiva nel pericarpo ed in particolare negli strati lipofili cuticulari e negli otricelli ricchi di olii essenziali presenti nel flavedo. In tali siti i composti sono protetti dalle influenze esterne e dalle attività enzimatiche degli strati cellulari subcuticulari, con notevole rallentamento dei processi di degradazione (Gunther, 1969; Dupuis, l.c.).

Andamento meteorologico e accrescimento dei frutti

Nel corso della prova 1994-95, le precipitazioni complessive sono state al di sotto della media stagionale. Le prime piogge (16 mm) si sono registrate 10 giorni dopo il trattamento. I valori medi di temperatura e umidità rientrano nella media stagionale (tab.7). Nella secondo anno di prova (1995), si sono registrate rilevanti precipitazioni durante la seconda decade di settembre (145 mm), a circa 50 giorni dal trattamento. Anche in questo anno non si sono avuti sensibili scostamenti dei parametri termoisometrici dalle medie stagionali (tab. 8).

Tab. 7 Prova 1994-95: dati meteorologici

EPOCA	T° min	T° max	UR min	UR max	P mm
ott 94 III	13	25	48	88	-
nov 94 I	13	24	59	87	16
II	10	22	42	88	13
III	7	20	50	87	-
dic 94 I	6	20	44	87	-
II	5	18	48	88	-
III	6	15	55	87	32
gen 95 I	3	12	49	87	22
II	2	13	42	88	5
III	4	18	35	87	-
feb 95 I	3	17	39	89	-
II	8	19	40	86	10
III	5	20	39	87	7
mar 95 I	5	16	42	89	18
II	5	18	38	87	-
III	3	17	26	86	-
apr 95 I	4	16	42	89	-
II	5	18	38	87	-
III	3	17	26	86	-

Tab. 8 - Prova 1995 : dati meteorologici

EPOCA	T° min	T° max	UR min	UR max	P mm
ago 95 I	20	36	36	96	-
II	20	33	51	96	-
III	20	33	43	93	19
sett 95 I	17	33	40	94	-
II	18	30	50	96	-
III	16	25	60	95	146
ott 95 I	14	25	57	97	-
II	13	24	62	97	-
III	11	23	491	96	33

I dati relativi all'accrescimento dei frutti nella prima prova (1994-95) sono riportati nella tabella 9. In termini di peso l'incremento è stato pari al 66,5 %. Il diametro equatoriale dei frutti ha avuto un incremento del 26,3 %. Nella seconda prova (1995), l'incremento ponderale è stato del 251,2 % e quello del diametro del 48,3 % (tab. 10). E' ipotizzabile che il più rapido decadimento dei residui nella seconda prova sia imputabile al maggiore accrescimento dei frutti.

Tab. 9 1994-95: accrescimento frutti

EPOCA	Ø in mm	Peso g
T0	57,0	116
T10	61,0	141
T21	62,1	144
T30	63,5	149
T40	63,7	149
T80	66,5	171
T120	70,0	172
T188	72,0	193

Tab. 10 1995: accrescimento frutti

EPOCA	Ø in mm	Peso g
T0	43,0	39
T10	46,7	52
T21	49,8	62
T30	52,6	78
T60	62,0	118
T80	63,7	128
T94	63,8	137

Conclusioni

I risultati della sperimentazione effettuata permettono in sintesi di affermare che nelle condizioni dell'agrumicoltura siciliana, l'utilizzo di alcuni organofosforici (methidathion, parathion-methyl e quinalphos) può portare, anche nel rispetto delle prescrizioni riportate in etichetta ed adottando i principi della buona pratica fitoiatrica, all'ottenimento di produzioni arancicole con residui sensibilmente superiori ai limiti di tolleranza.

Considerate le responsabilità penali che gravano su chi immette nel mercato prodotti ortofrutticoli con residui di fitofarmaci superiori ai limiti legali, e le non meno gravi ripercussioni in termini di immagine per l'intero comparto, si ritiene necessaria la revisione dei limiti di tolleranza per le su citate molecole. E' opportuno ricordare che il Codex Alimentarius della FAO/WHO prevede per il methidathion un limite massimo di residuo negli agrumi di 2 ppm (10 volte il valore tollerato dalla legislazione italiana). Tale limite, già da tempo adottato da Paesi ad agrumicoltura avanzata (USA) e da gran parte dei Paesi europei, dovrà, in applicazione della direttiva comunitaria 95/38, essere adottato anche dall'Italia entro il mese di luglio 1996. In conclusione, nel breve periodo e sulla scorta dei risultati ottenuti, che confermano i dati acquisiti con l'indagine del MiRAAF condotta sull'intero territorio nazionale, appare opportuno invitare gli agrumicoltori alla massima cautela nell'utilizzo degli insetticidi organofosforici methidathion, parathion-methyl, quinalphos, siano essi utilizzati in miscela con olio minerale bianco o meno.

Lavori citati

- AMBRUS A., LANTOS J., VISI E., CSATLOS I., SARVARI L. (1981). General method for determination of pesticide residues in samples of plant origin, soil and water. I. Extraction and clean up. *Journal of A.O.A.C.*, 64 (3), 733-742.
- BARBAGALLO S., LONGO S., MINEO G. (1992). Integrated Control of Citrus Pests in Italy. Proc. Int. Soc. Citriculture, 978-984.
- CABRAS P., GARAU V.L., MELIS M., PIRISI F.M., SPANEDDA L., CABITZA F., CUBEDDU M. (1995). Persistenza di alcuni insetticidi organofosforici nelle arance. Atti del 2° Congr. Naz. di Chimica degli Alimenti, vol. 2 - Comunicazioni, Parte II, 935-940.
- DI MARTINO E., FLORI G. (1978). Persistenza di residui di Parathion su buccia di arance e loro migrazione nell'endocarpo. *La Difesa delle Piante*, 1, 35-40.
- DUPUIS G. (1975). Pesticide residues in citrus. In: Citrus Ciba-Geigy Agrochemicals, Technical Monograph No 4, 81-88.
- FAO/WHO (1991). Pesticide residues in food - Report 1991, Paper 111. FAO, Roma, 132 pp.
- FAO/WHO (1992). Pesticide residues in food - Evaluation 1991 - Part I Residues, Paper 113/1, FAO, Roma, 648 pp.
- FAO/WHO (1993). Pesticide residues in food - In: Codex Alimentarius, Volume 2/Suppl. 1, FAO, Roma, 173 pp.
- GUNTHER F.A., (1969). Insecticides residues in California citrus fruits and products. *Pesticides Reviews*, 28, 127 pp.
- NUCIFORA A., CALABRETTA C., (1994). Attuali strategie di lotta in arancicoltura e clementinicoltura. MiRAAF - Conv. Innovazioni e prospettive della difesa fitosanitaria, 1265-1273.
- IMBROGLINI G., LEANDRI A., CONTE E., LUCCHESI S., FOSCHI F., NARDO G., CESTARO M. (1995). Risultati del secondo anno di attività della Rete nazionale di monitoraggio sui residui di fitofarmaci. *Informatore agrario*, LI (1), 61-73.
- NUCIFORA M.T., BORDONARO E., CAMPISI C., CAPPELLANI E., RUDILOSSO C. (1992). The Methidathion Residues in Citrus Fruits. Proc. Int. Soc. Citriculture, 1124-1126.
- RUSSO C., LANZA C.M., TOMASELLI F., CAMPISI S., NICOLOSI-ASMUNDO C., DI MARTINO E., LANZA G. (1983). Decadimento di insetticidi fosforati su arancio "Sanguinello Moscato". *Essenze-Derivati Agrumari*, 53, 69-77.
- VACANTE V. (1988). La lotta guidata in agrumicoltura. *Informatore fitopatologico*, 10, 17-32.