



Corda, Pietro Maria; Maddau, Lucia; Marchetti, Mauro; Usai, Marianna; Panzanelli, Angelo (1988) *Determinazione dei residui di Deltametrina nelle ciliegie*. Bollettino della Società sarda di scienze naturali, Vol. 26 (1987/88), p. 69-74. ISSN 0392-6710.

<http://eprints.uniss.it/7173/>

# BOLLETTINO

della

SOCIETÀ SARDA  
DI SCIENZE NATURALI

La Società Sarda di Scienze Naturali ha lo scopo d'incoraggiare e stimolare l'interesse per gli studi naturalistici, promuovere e sostenere tutte le iniziative atte alla conservazione dell'ambiente e costituire infine un Museo Naturalistico Sardo.

S.S.S.N.  
SOCIETÀ SARDA di SCIENZE NATURALI

Via Muroli, 25 - 07100 Sassari.

CONSIGLIO DIRETTIVO (1986-1988)

*Presidente:* Franca Valsecchi.  
*Segretario:* Bruno Corrias.  
*Consiglieri:* Giovanni Cordella, Franca Dalmasso, Paolo Roberto Federici, Maria Pala, Antonio Torre.  
*Revisori dei Conti:* Aurelia Castiglia, Enrico Pugliatti, Giovanni M. Testa.  
*Collegio Probiviri:* Tullio Dolcher, Giovanni Manunta, Vico Mossa.

*Consulenti editoriali per il XXV Volume:*

Prof. Pier Virgilio ARRIGONI (Firenze)  
Prof. Angelo ARU (Cagliari)  
Prof. Jaume BAGUNÀ (Barcellona)  
Prof. Carlo BOTTEGHI (Venezia)  
Prof. Jean Marie GEHU (Parigi)  
Prof. Nullo Glauco LEPORI (Sassari)  
Prof. Guido MOGGI (Firenze)  
Prof. Enio NARDI (Firenze)  
Prof. Gianfranco SALVATORINI (Siena)  
Prof. Giacomo TRIPODI (Messina)

Direttore Responsabile e Redattore  
Prof. FRANCA VALSECCHI

---

*Autorizzazione Tribunale di Sassari n. 70 del 29.V.1968*

## **Determinazione dei residui di Deltametrina nelle ciliegie**

**PIERO CORDA\***, **LUCIA MADDAU\***, **MAURO MARCHETTI\*\***, **MARIANNA USAI\*\***  
e **ANGELO PANZANELLI\*\*\***

\* Istituto di Patologia Vegetale dell'Università  
Via E. De Nicola, 07100 Sassari.

\*\* Istituto Applicazione Tecniche Chimiche Avanzate ai Problemi Agrobiologici -  
C.N.R.  
Via Vienna, 2, 07100 Sassari.

\*\*\* Dipartimento di Chimica dell'Università  
Via Vienna, 2, 07100 Sassari.

**Corda P., Maddau L., Marchetti M., Panzanelli A., Usai M., 1987  
- Determination of Deltamethrin Residues in cherries. Boll. Soc. Sar-  
da Sci. Nat., 26: 69-74.**

This paper describes the determination of residues of the insecticide Deltamethrin in cherries growing in the Bonnanaro area near Sassari (Sardinia - Italy). The analytical procedure for the isolation of the insecticide was developed. The quantitative determinations were carried out by HPLC, with UV detector at 220 nm, on a Perkin-Elmer C18-HS3 column with acetonitrile - water (75 : 25) as the mobile phase. A rapid decrease of the concentration of the insecticide with time was ascertained; three days after from the treatment the values were significantly lower than those required by the Italian law.

**KEY WORDS:** cherries deltamethrine residues.

### **INTRODUZIONE**

Le moderne tecniche agricole prevedono un largo uso di xenobiotici di sintesi. Questo fenomeno ha suscitato la reazione degli ambientalisti di tutto il mondo preoccupati soprattutto degli effetti indesiderati provocati dall'uso dei fitofarmaci.

L'industria chimica, tenendo conto delle nuove tendenze, ha messo a punto nuovi prodotti: tra questi, i piretroidi che sono più compatibili con l'ambiente, vista la loro affinità strutturale con i principi attivi naturalmente presenti nel fiore di piretro.

La struttura chimica dei piretroidi è la più complessa fra quelle delle maggiori classi di insetticidi conosciute e la loro sintesi relativamente costosa. Tuttavia, la grande attività insetticida permette l'applicazione a basse o bassissime dosi e può dare notevoli vantaggi specialmente quando il prodotto deve essere consumato a distanza di pochi giorni dal trattamento.

La deltametrina (Fig. 1) è uno dei fitofarmaci maggiormente rispondenti alle caratteristiche sopra menzionate in quanto relativamente poco tossico per i mammiferi\* (BRY e LANG, 1976), ma altamente letale per gli insetti.

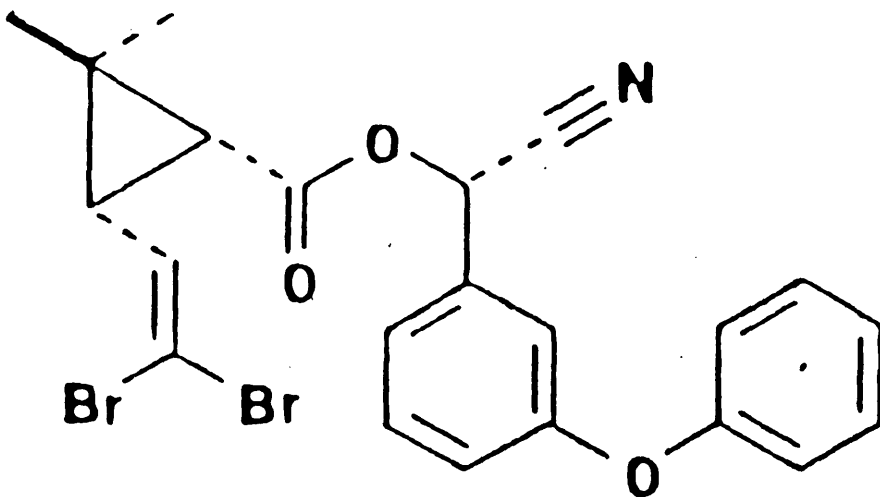


Fig. 1 - Deltametrina.

Alcuni autori riportano risultati sulla determinazione dei residui di piretroidi (Mc CLELLAN, 1963; SIMONATIS e CAIL, 1977) ed in particolare della deltametrina (DEJONCKHEERE, 1982; KHAN, 1984) in diversi prodotti agricoli. Sulle ciliegie, a quel che ci consta, non è stata finora effettuata alcuna ricerca in proposito; alla luce di questa considerazione ci è sembrato opportuno determinarne il contenuto residuo nel frutto.

\* L'Ordinanza Ministeriale del 6 giugno 1985 Suppl. Ord. G.U. n. 250 del 23 ottobre 1985 consente un contenuto di residui di Deltametrina pari a 0,5 mg/Kg.

## MATERIALI E METODI

### *Trattamento e prelievo dei campioni*

La prova in campo è stata effettuata in un ciliegeto sito in agro di Bonnanaro (prov. di Sassari), in una zona ad infestazione da mosca particolarmente elevata: la perdita di prodotto, infatti, può raggiungere annualmente il 60-80%.

Il trattamento con la deltametrina è stato eseguito quando le catture degli adulti mediante trappole-spia avevano raggiunto quasi il valore massimo. Questo momento ha coinciso con la fase di incipiente invaiatura delle drupe.

L'insetticida è stato distribuito, previa diluizione in acqua, alla dose massima consigliata in frutticoltura, cioè 50 ml/hl, pari ad una concentrazione di 1,4 ml di principio attivo. La somministrazione è stata effettuata mediante pompa a spalla a volume normale con getto micronizzato, bagnando uniformemente la chioma delle piante sino allo sgocciolamento.

Il prelievo dei campioni, ciascuno dei quali era costituito da 200 g di frutti, è stato effettuato subito dopo il trattamento con la deltametrina, e dopo 3, 7, 10, 14 e 21 giorni dal medesimo.

Dopo la raccolta, essi venivano via via posti in congelatore e conservati a -25° C sino al momento delle analisi per la determinazione dei residui.

### *Tecniche di estrazione utilizzate*

Per l'estrazione della deltametrina sono stati utilizzati 50 g di ciliegie omogeneizzate ed addizionati di 100 ml di acqua distillata. Alla sospensione così ottenuta sono stati aggiunti 50 ml di esano per spettroscopia distillato su sodio; la miscela così ottenuta è stata lasciata sotto agitazione a freddo per 1 ora. La fase organica prelevata è stata separata ed anidrificata su solfato di sodio anidro. La soluzione è stata privata del solvente; il residuo, ripreso con una miscela di acetonitrile-acqua (75:25), è stato filtrato su membrana da 0,22  $\mu$ m e portato a volume finale di 5 ml in matraccio tarato.

### *Determinazione dei residui*

Le analisi sono state eseguite mediante cromatografia liquida ad alta prestazione utilizzando un cromatografo Perkin - Elmer se-

rie 4, munito di valvola di iniezione Rheodyne 7125 ed un rivelatore UV - visibile Perkin-Elmer LC 85 B; è stata impiegata una colonna C 18 HS 3 da 110x4,6 mm d.i.; la lunghezza d'onda operativa è stata di 210 nm. La fase mobile è costituita da acetonitrile-acqua (75:25); il tempo di ritenzione è di 9 minuti; il limite di sensibilità del metodo è pari a 3 ppb. Le prove di recupero con l'aggiunta del principio attivo a livelli di 3-50 ppb hanno dato valori di  $75 \pm 5\%$ .

## RISULTATI E CONCLUSIONI

Nella tabella 1 sono riportati i valori medi relativi a tre determinazioni ottenute utilizzando la curva di taratura ricavata con soluzioni a concentrazioni note del principio attivo (Fig. 2).

In Fig. 3 è riportato l'andamento della degradazione della deltametrina nelle ciliegie nel tempo; nel grafico sono rappresentati gli

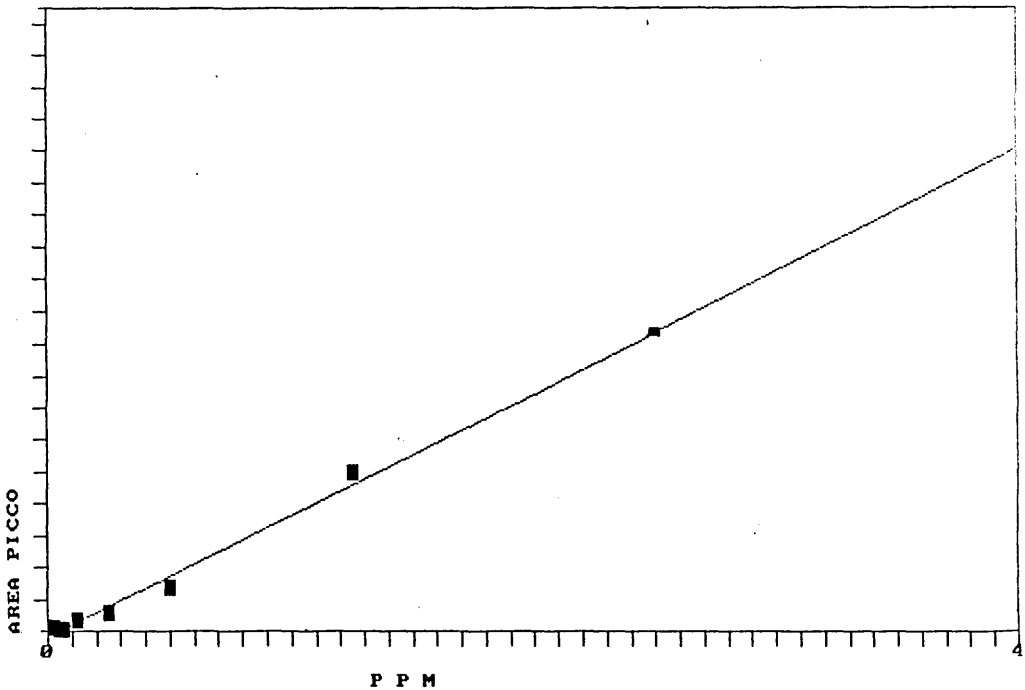


Fig. 2 - Curva di taratura (HPLC) per la Deltametrina.

**Tab. 1** - Concentrazione di residui di deltametrina (ppm) nelle ciliegie.

Giorni <sup>a</sup>	0	3	7	10	14	21
Deltametrina	0.64	0.093	0.051	0.046	0.057	0.011

<sup>a</sup> I Campioni sono stati raccolti il giorno del trattamento e dopo 3, 7, 10, 14 e 21 giorni; il valore in ppm della deltametrina residua rappresenta la media di tre diverse determinazioni.

andamenti della curva sperimentale, ricavata utilizzando i valori medi derivanti da tre determinazioni diverse e di quella teorica calcolata per regressione su una funzione potenza di equazione:

$$Y = 0,294978 * X^{-0,876488}$$

la funzione rappresenta la degradazione del fitofarmaco con un coefficiente di correlazione di 0,999988 per i punti successivi al primo, lo scarto quadratico medio per gli stessi punti è di  $2,06314 * 10^{-2}$  e l'errore probabile medio è di  $1,39159 * 10^{-2}$ .

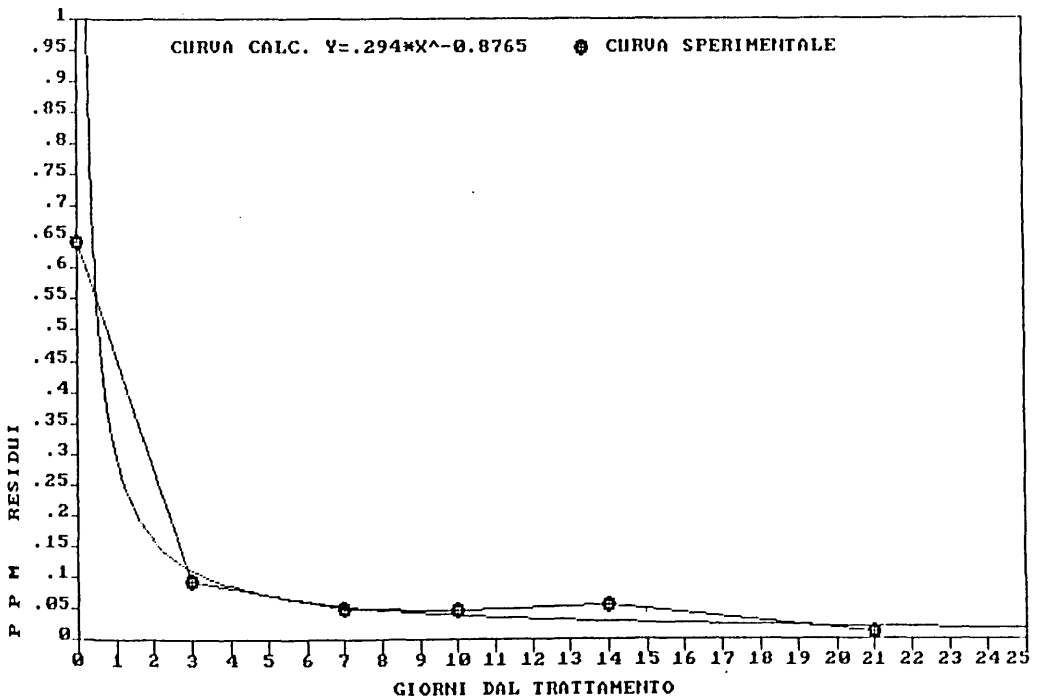


Fig. 3 - Andamento della concentrazione della deltametrina nelle ciliegie nel tempo.

Dall'esame dei risultati si evince che già dal giorno del trattamento, viste le basse dosi impiegate, la quantità di residui è molto vicina a 0,5 ppm; dopo tre giorni il contenuto di deltametrina nelle ciliegie è di 0.094 ppm, circa cinque volte inferiore ai limiti di legge.

La letteratura riferisce sull'esistenza di almeno 25 prodotti di degradazione fotolitica della deltametrina (AIZAWA, 1982). Nell'ambito della nostra ricerca abbiamo ritenuto opportuno verificare l'effetto della radiazione solare su una soluzione di deltametrina in acetonitrile (1 ppm); questa è stata esposta per 60 giorni alla luce solare e sottoposta a determinazioni analitiche periodiche. Nelle nostre condizioni sperimentali non abbiamo mai riscontrato la presenza di prodotti di degradazione; tuttavia, anche se questi prodotti si dovessero formare in campo, è accertato che la loro tossicità verso i mammiferi (AIZAWA, 1982) è addirittura inferiore a quella dell'estere di partenza.

Dalla discussione dei risultati si può dedurre che il trattamento delle ciliegie con deltametrina, oltre ad essere altamente efficace contro la mosca delle ciliegie (*Rhagoletis cerasi* L.), è garante nei confronti del consumatore ed igienico verso l'ambiente vista la bassa concentrazione del fitofarmaco residuo già a tre giorni dal trattamento.

#### RIASSUNTO

Viene riportato uno studio sui residui dell'insetticida Deltametrina nelle ciliegie. I trattamenti ed i campionamenti sono stati effettuati in agro di Bonnanaro (provincia di Sassari). Le determinazioni quantitative sono state eseguite mediante uno strumento H.P.L.C. equipaggiato con un rivelatore U.V. - visibile a lunghezza d'onda variabile ed una colonna C 18 - HS 3 usando come fase mobile una miscela acetone/acqua 75:25. È stata accertata una rapida diminuzione dell'insetticida sui frutti: infatti dopo tre giorni dal trattamento i residui presenti risultano nettamente al di sotto dei limiti stabiliti dalla legislazione fitosanitaria.

#### RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- AIZAWA H., 1982 - *Metabolic maps of pesticides*. Academic Press, inc., London pp.  
 BRY ROY E., LANG J.H., 1976 - Toxicology Aspects of Pyrethroids in mammalian. *J. Ga. Entomol. Soc.*, 11: 4.  
 DEJONCKHEERE W., VERSTRAETEN R., STEURBAUT W., MELKEBEKE G., KIPS R., 1982 - Permethrin and Deltamethrin Residues on Lettuce. *Pestic. Sci.*, 13: 351.  
 KHAN S.U., ZHANG L.Z., AKHTAR M., 1984 - Bound Residues of Deltamethrin in Bean Plants. *J. Agric. Food Chem.*, 32:1141.  
 SIMONATIS R.A., CAIL R.S., 1977 - Gas chromatographic; Determination of Residues of the Synthetic Pyrethroid FMC 33297., 211 - *Synthetic Pyrethroids*. Editor Elliott M., Am. Chem. Soc., Washington, D.C.