



LA DETERMINAZIONE DEI LIMITI MASSIMI DI RESIDUI DI FITOFARMACI IN PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE DESTINATI AL CONSUMO UMANO

Angela Santilio

Istituto Superiore di Sanità

Dipartimento Ambiente e Connessa Prevenzione Primaria

angela.santilio@iss.it

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Il Limite Massimo di Residuo (LMR) viene definito come la massima concentrazione del residuo di sostanza attiva presente sulle derrate agricole, dopo trattamento con un prodotto fitosanitario, in accordo con le Buone Pratiche Agricole (BPA). LMR si esprime in mg di s.a. per kg di prodotto (mg/kg).

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Il LMR viene fissato sulla base della buona pratica agricola, ossia sulla base del rispetto delle condizioni di impiego (dosi, numero dei trattamenti, intervallo di sicurezza).

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Per come sono definiti, i LMR costituiscono la massima quantità di residuo che potrebbe essere presente su un prodotto quando le BPA sono rispettate durante l'uso del prodotto fitosanitario.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

In ambito nazionale e comunitario esistono due metodi di calcolo che permettono di calcolare gli LMR.

La linea guida di riferimento è il documento della Commissione Europea 7039/VI/95/EN.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

METODO I

- Distribuzione normale
- Calcolo LMR ad un intervallo di raccolta "t"
- Verifica di "Outlier" $n \geq 8$ (Q-test)

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

METODO II

- Distribuzione (75% quantile)
- 8 studi residuo circa
- No Outlier

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

- Scheda Buona Pratica Agricola (BPA)
- Prove residuo (Trials)
- Coltura maggiore o minore
- NEU o SEU
- Numero prove residuo

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Scheda di buona pratica agricola (BPA)
(Good Agricultural practice – GAP):

- Dose di applicazione
- Intervallo di giorni tra l'ultimo trattamento e la raccolta (Pre Harvest Interval – PHI)
- Numero dei trattamenti

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

1	2	3	4	5	6			7			8	9
Crop and / or situation	F or G	Pest or group of pests controlled	Formulation		Application			Application rate per treatment			PHI (day s)	Remarks:
	Type		Conc. of a.i.	method, kind	growth stage	numb er (rang e)	kg a.i./hl	water l/ha	kg a.i./ha			
(a)	(b)	(c)	(d - f)	(i)	(f - h)	(j)				(k)	(l)	
Spinach	F	Downy mildew (Peronospor a farinosa f. sp. Spinaciae)	WG	400 g/kg	spraying	during favourable conditions of infection	2 (10- 14 days)	0.133 – 0.2	300 – 600	0.8	(14)	

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Schede residuo o dati residuo:

Valori di residuo in mg/kg ad un tempo “t” e ad una dose di applicazione conforme alla GAP prevista.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

1	2	3	4			5	6	7	8	9	10
Report-No. Location incl. Postal code and date	Commodity / Variety	Date of 1) Sowing or planting 2) Flowering 3) Harvest	Application rate per treatment			Dates of treatments or no. of treatments and last date	Growth stage at last treatment or date	Portion analysed	Residue s (mg/kg)	PHI (days)	Remarks
			kg a.i. / ha	Water l / ha	kg a.i. / hl						
	(a)	(b)				(c)		(a)		(d)	(e)
PW 08/97 GR 704 DE-48734 Reken	Calata	1) 19.07.97 2) -- 3) 26.08.97	0.8	600	0.1	05.08.97 12.08.	stage 15	Leaf	32 5.4 0.57 0.10 0.07	0 7 10 14 21	RIP2002-1023 RIP2002-1040
gr 25998 Trial G98079R DE-68623 Rosengarten	Laska	1) 25.08.1998 sowing 2) -- 3) 02.11.1998	0.8 0.8	614 604	0.1	09.10.98 19.10.	stage 37	Leaves	26.9 10.5 10.2 4.93 3.89	0 7 10 14 21	RIP2002-1024
gr 24998 Trial G98076R DE-69207 Bruchhausen	Bolero	1) 28.07.1998 sowing 2) -- 3) 12.10.1998	0.8 0.8	618 581	0.1	18.09.98 28.09.	stage 35-37	Leaves	50.5 11.4 9.17 5.06 2.36	0 7 10 14 21	RIP2002-1025
RU-L-13 97 MZ PW 05/97 55128 Mainz	Matador	1) 14.07.97 sowing 2) 3) 26.08.97	0.8 0.8	600	0.1	04.08.97 12.08.	14 days before harvest	Leaves	34.0 10.0 6.7 1.7 0.2	0 7 10 14 21	RIP2002-1028

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

NUMERO DEGLI STUDI

Il numero esatto degli studi necessari per fissare un LMR è difficile da definire in quanto è necessario considerare tutti i parametri che condizionano il residuo (condizioni climatiche, crescita, tipo di applicazione).

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

NUMERO DEGLI STUDI

Assumendo che tutte le variabili siano confrontabili per:

COLTURE MAGGIORI – 8 studi controllati (TRIALS)
al NEU e al SEU

COLTURE MINORI – 4 studi controllati (TRIALS)
nella regione di interesse.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

NUMERO DEGLI STUDI

Per le colture minori i metodi I e II non sarebbero raccomandati dal punto di vista statistico ma si propone comunque un valore calcolato.

Nel caso di colture per le quali i valori di residuo sono sempre inferiori al LOQ sono sufficienti minimo due studi residuo.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

COLTURE MAGGIORI E MINORI

La distinzione viene effettuata sulla base di:

Contributo all'assunzione giornaliera nella dieta

Coltura maggiore

>7.5 g - consumo giornaliero medio per una popolazione con un peso medio di 60 Kg

Area coltivata

>10000 ha (coltura maggiore)

Produzione

>200000 tonnellate/anno (coltura maggiore)

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

COLTURE MOLTO MINORI

La distinzione viene effettuata sulla base di:

Contributo all'assunzione giornaliera nella dieta

< 1.5 g - consumo giornaliero medio per una
popolazione con un peso medio di 60 Kg

Area coltivata

<600 ha

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP:	Spinaci			Home	
				Print	Help
Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg		Run	
1	0,1	0,1		Method 1	
2	0,14	0,14		n	5
3	0,43	0,43		K	3,711
4	1,7	1,7		Mean	2,060
5	4,93	4,93		SD	2,347
6	5,06	5,06	Q-test not run -		
7			<8 or >25	MRL₁ = 10,771	
8					
9				Method 2	
10				n	5
11				P	0,75
12				J	5
13				G	0,25
14				R(J)	4,93
15				R(J+1)	5,06
16				R(0.75)	5,0275
17					
18				MRL₂ = 9,925	
19					
20				STMR = 1,065	



Foglio di lavoro di
Microsoft Excel

MRL1 (Rmax) = 10.77

MRL2 (Rber) = 9.93

HR = 5.06 mg/kg

STMR = 1.07 mg/kg

MRL proposto = 10 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

HR (high residue) – Il residuo alto è definito come la concentrazione di residuo più alta, presente su una coltura, proveniente da studi controllati dai quali viene fissato l'LMR.

HR è espresso in mg s.a./kg di prodotto

STMR (Supervised Trials Median Residue) – Il residuo mediano è stimato come il valore mediano dei dati residuo provenienti da studi controllati.

STMR è espresso in mg s.a./kg di prodotto

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

VALORI POSSIBILI DI LMR in mg/kg:

0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0,
2.0, 3.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0, 100.0,
>100.0

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CASI PARTICOLARI

WHO permette di fissare limiti anche a livelli di 15 mg/kg e di 30 mg/kg

Se necessario armonizzare a livello internazionale LMR per ragioni tossicologiche.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

ESEMPIO

MRL1 = 6.53

MRL2 = 6.03

HR = 4.92

MRL proposto = 10 mg/kg (problemi di assunzione)

MRL fissato = 7 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

ESEMPI DI CALCOLO

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Mele (pomacee)

GAP critica: dose: 1.75 kg a.i./ha; 5 applicazioni;
PHI= 35 giorni

Prove residuo (NEU)

0.82 mg/kg, 2 x 0.41 mg/kg, 0.07 mg/kg,
0.53 mg/kg, 0.10 mg/kg, 0.27 mg/kg, 0.45 mg/kg,
1.49 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Mele NEU

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,82	0,07
2	0,41	0,1
3	0,41	0,27
4	0,07	0,41
5	0,53	0,41
6	0,1	0,45
7	0,27	0,53
8	0,45	0,82
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,383
SD	0,242

MRL₁ = 1,153

<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	0,45
R(J+1)	0,53
R(0.75)	0,51

MRL₂ = 1,020

STMR = 0,41

NEU

MRL1 (Rmax) = 1.15

MRL2 (Rber) = 1.02

HR = 0.82 mg/kg

STMR = 0.41

MRL proposto = 1 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Mele (pomacee)

GAP critica: dose: 1.40 kg a.i./ha; 5 applicazioni;

PHI= 21 giorni

Prove residuo (SEU)

0.41 mg/kg, 2 x 0.33 mg/kg, 0.07 mg/kg, 0.86
mg/kg,

0.43 mg/kg, 0.46 mg/kg, 0.25 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Mele SEU

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,45	0,1
2	0,33	0,25
3	0,33	0,33
4	0,1	0,33
5	0,55	0,43
6	0,43	0,45
7	0,46	0,46
8	0,25	0,55
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,363
SD	0,142

MRL₁ = 0,814

<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	0,45
R(J+1)	0,46
R(0.75)	0,4575

MRL₂ = 0,915

STMR = 0,38

SEU

MRL1 (Rmax) = 0.81

MRL2 (Rber) = 0.92

HR = 0.55 mg/kg

STMR = 0.38

MRL proposto = 1 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Pomodori (serra)

GAP critica:

dose: 2.1 kg a.i./ha; 4 applicazioni;

PHI= 28 giorni

Prove residuo (NEU)

4 x <0.1 mg/kg, 0.19 mg/kg, 1.1 mg/kg,
0.5 mg/kg, 1.4 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Pomodori NEU serra

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,1	0,1
2	0,1	0,1
3	0,1	0,1
4	0,1	0,1
5	0,19	0,19
6	1,1	0,5
7	0,5	1,1
8	1,4	1,4
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,449
SD	0,519

MRL₁ = 2,103

<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	0,5
R(J+1)	1,1
R(0.75)	0,95

MRL₂ = 1,900

STMR = 0,145

NEU

MRL1 (Rmax) = 2.10

MRL2 (Rber) = 1.90

HR = 1.40 mg/kg

STMR = 0.15

MRL proposto = 2 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Pomodori (serra)

GAP critica:

dose: 3.3 kg a.i./ha; 4 applicazioni;

PHI= 28 giorni

Prove residuo (SEU)

<0.1 mg/kg, 0.14 mg/kg, 0.19 mg/kg, 0.23 mg/kg, 0.97 mg/kg, 1.2 mg/kg, 2 x 1.1 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Pomodori SEU serra

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,1	0,1
2	0,14	0,14
3	0,19	0,19
4	0,23	0,23
5	0,97	0,97
6	1,2	1,1
7	1,1	1,1
8	1,1	1,2
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,629
SD	0,501
<hr/>	
MRL₁ = 2,226	
<hr/>	
<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	1,1
R(J+1)	1,1
R(0.75)	1,1
<hr/>	
MRL₂ = 2,200	
<hr/>	
STMR = 0,6	

SEU

$$\text{MRL1 (Rmax)} = 2.23$$

$$\text{MRL2 (Rber)} = 2.20$$

$$\text{HR} = 1.20 \text{ mg/kg}$$

$$\text{STMR} = 0.60$$

$$\text{MRL proposto} = 2 \text{ mg/kg}$$

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Pomodori (campo)

GAP critica:

dose: 1.68 kg a.i./ha; 4 applicazioni;

PHI= 7 giorni

Prove residuo (NEU)

0.55 mg/kg, 0.06 mg/kg, 0.11 mg/kg, 0.29 mg/kg,
0.15 mg/kg, 0.14 mg/kg, 2 x 0.7 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Pomodori NEU campo

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,55	0,06
2	0,06	0,11
3	0,11	0,14
4	0,29	0,15
5	0,15	0,29
6	0,14	0,55
7	0,7	0,7
8	0,7	0,7
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,338
SD	0,271

MRL₁ = 1,201

<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	0,55
R(J+1)	0,7
R(0.75)	0,6625

MRL₂ = 1,325

STMR = 0,22

NEU

MRL1 (Rmax) = 1.20

MRL2 (Rber) = 1.33

HR = 0.7 mg/kg

STMR = 0.22

MRL proposto = 1 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Pomodori (campo)

GAP critica:

dose: 2.1 kg a.i./ha; 4 applicazioni;

PHI= 7 giorni

Prove residuo (SEU)

0.17 mg/kg, 0.30 mg/kg, 0.44 mg/kg, 0.12 mg/kg,
0.11 mg/kg, 0.10 mg/kg, 0.32 mg/kg,
<0.10 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP: Pomodori SEU campo

Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg
1	0,17	0,1
2	0,3	0,1
3	0,44	0,11
4	0,12	0,12
5	0,11	0,17
6	0,1	0,3
7	0,32	0,32
8	0,1	0,44
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

No outliers found

<i>Method 1</i>	
n	8
K	3,188
Mean	0,208
SD	0,129

MRL₁ = 0,620

<i>Method 2</i>	
n	8
P	0,75
J	6
G	0,75
R(J)	0,3
R(J+1)	0,32
R(0.75)	0,315

MRL₂ = 0,630

STMR = 0,145

SEU

MRL1 (Rmax) = 0.62

MRL2 (Rber) = 0.63

HR = 0.44 mg/kg

STMR = 0.15

MRL proposto = 1 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Lattuga (vegetali a foglia)

GAP critica:

dose: 1.5 – 1.75 kg a.i./ha; applicazioni: 4;

PHI = 28 giorni

Prove residuo (NEU)

(condotte secondo la GAP critica):

2 x < 0.03 mg/kg, 0.04 mg/kg, 0.43 mg/kg,
0.21 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP:		Lattuga (NEU)		Home	
				Print	Help
Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg		Run	
1	0,03	0,03		Method 1	
2	0,04	0,03		n	4
3	0,43	0,04		K	4,21
4	0,03	0,21		Mean	0,148
5	0,21	0,43	Q-test not	SD	0,175
6			<8 or >25 points.		
7				MRL₁ = 0,886	
8					
9				Method 2	
10				n	4
11				P	0,75
12				J	4
13				G	0,5
14				R(J)	0,21
15				R(J+1)	0,43
16				R(0.75)	0,375
17					
18				MRL₂ = 0,640	
19					
20				STMR = 0,04	
21					

NEU

MRL1 (Rmax) = 0.89

MRL2 (Rber) = 0.64

HR = 0.43 mg/kg

STMR = 0.04

MRL proposto = 1.0 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Lattuga (vegetali a foglia)

GAP critica:

dose: 1.5 – 1.7 kg a.i./ha; applicazioni: 4;

PHI = 28 giorni

Prove residuo (SEU)

(condotte secondo la GAP critica):

0.03 mg/kg, 0.06 mg/kg, 0.75mg/kg,

0.95 mg/kg, 2.84 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP:		Lattuga (SEU)		Home	
				Print	Help
Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg		Run	
1	0,03	0,03		Method 1	
2	0,06	0,06		n	4
3	0,75	0,75		K	4,21
4	0,95	0,95		Mean	0,926
5	2,84	2,84	Q-test not	SD	1,145
6			<8 or >25	points.	
7				MRL₁ = 5,748	
8					
9				Method 2	
10				n	4
11				P	0,75
12				J	4
13				G	0,5
14				R(J)	0,95
15				R(J+1)	2,84
16				R(0.75)	2,3675
17					
18				MRL₂ = 3,790	
19					
20				STMR = 0,75	
21					

SEU

MRL1 (Rmax) = 5.75

MRL2 (Rber) = 3.79

HR = 2.84 mg/kg

STMR = 0.75

MRL proposto = 5.0 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Fagioli freschi (legumi freschi)

GAP critica: dose: 1.6 kg a.i./ha; applicazioni: 1;
PHI = non applicabile

Prove residuo (NEU)

(condotte secondo la GAP critica):

6 x <0.05 mg/kg, 0.05 mg/kg 0.06 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP:		Fagioli freschi (NEU)		Home	
				Print	Help
Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg		Run	
1	0,05	0,05		Method 1	
2	0,05	0,05	n	7	
3	0,05	0,05	K	3,188	
4	0,05	0,05	Mean	0,051	
5	0,05	0,05	SD	0,004	
6	0,05	0,05			
7	0,05	0,05		MRL₁ = 0,063	
8	0,06	0,06	Outlier?		
9			Q= 1 ; cf.	Method 2	
10			n	7	
11			P	0,75	
12			J	6	
13			G	0,75	
14			R(J)	0,05	
15			R(J+1)	0,05	
16			R(0.75)	0,05	
17					
18				MRL₂ = 0,100	
19					
20				STMR = 0,05	
21					

N-EU

MRL1 (Rmax) = 0.06

MRL2 (Rber) = 0.10

HR = 0.06 mg/kg

STMR = 0.05

MRL proposto = 0.1 mg/kg

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Lenticchie (legumi)

GAP critica: dose: 1.6 kg a.i./ha; applicazioni: 1;

PHI = non applicabile

Prove residuo (NEU)

8 x <0.05 mg/kg.

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

CROP:		Lenticchie (SEU)		Home	
				Print	Help
Data Point	Residue mg/kg	Sorted Residue mg/kg	Run		
1	0,05	0,05	Method 1		
2	0,05	0,05	n	7	
3	0,05	0,05	K	3,188	
4	0,05	0,05	Mean	0,050	
5	0,05	0,05	SD	0,000	
6	0,05	0,05			
7	0,05	0,05	MRL₁ = 0,050		
8	0,05	0,05			
9			Method 2		
10			n	7	
11			P	0,75	
12			J	6	
13			G	0,75	
14			R(J)	0,05	
15			R(J+1)	0,05	
16			R(0.75)	0,05	
17					
18			MRL₂ = 0,100		
19					
20			STMR = 0,05		
21					

N-EU

MRL1 (Rmax) = 0.05

MRL2 (Rber) = 0.10

HR = 0.05 mg/kg

STMR = 0.05

MRL proposto = 0.05 mg/kg
(caso di non residuo, LOQ = 0.05 mg/kg)

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Coltura	LMR – NEU (mg/kg)	LMR - SEU (mg/kg)	LMR proposto (mg/kg)
Mele	1	1	1
Pomodori (campo)	1	1	2
Pomodori (serra)	2	2	
Lattuga	1	5	5
Fagioli freschi	0.1	-	0.1
Lenticchie	0.05	-	0.05

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

Documenti guida disponibili sul sito della Commissione Europea:

http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/publications_en.htm#residues

Particolare per la fissazione dei LMR - Appendice I

<http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/app-i.pdf>



Documento Adobe
Acrobat

LIMITI MASSIMI DEI RESIDUI

GRAZIE