

**Linee guida
PT 2019-Fitofarmaci e Nitrati
ARPAE**

INDICE

1	INTRODUZIONE.....	3
2	CAMPIONI DEL TEST FITOFARMACI.....	3
3	CAMPIONI DEL TEST NITRATI.....	3
4	COMUNICAZIONI.....	3
5	SUBAPPALTI.....	4
6	VALORE ASSEGNATO E DEVIAZIONE STANDARD RELATIVA ROBUSTA.....	4
7	PASSAGGI DA SEGUIRE.....	4
8	QUANTITA' DI CAMPIONE.....	5
9	SPEDIZIONE DEI CAMPIONI.....	5
10	AVVERTENZE SULLA MANIPOLAZIONE DEI CAMPIONI.....	5
11	RISULTATI E CIFRE SIGNIFICATIVE.....	5

1 INTRODUZIONE

Le presenti linee guida sono parte integrante dei documenti del SGQ, stilati nel rispetto della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010.

I proficiency tests sono organizzati da ARPAE FE per residui di fitofarmaci su prodotti ortofrutticoli, con l'applicazione di metodi d'analisi multiresiduali, e per nitrati su ortaggi a foglia. L'organizzazione di proficiency tests ha lo scopo di migliorare la qualità, l'accuratezza e la confrontabilità dei dati sui residui e sul tenore di nitrati; così come di valutare la capacità di ogni laboratorio ad operare con risultati che coprano l'intero intervallo dei residui massimi ammessi, in tutti i gruppi di matrici ortofrutticole.

Per l'anno in corso ARPAE ha in programma l'organizzazione di 3 sessioni di proficiency tests, ognuna delle quali comprende sia la preparazione di campioni per la determinazione di residui di fitofarmaci che campioni per la determinazione di nitrati.

2 CAMPIONI DEL TEST FITOFARMACI

La preparazione del proficiency test, d'ora in poi PT, prevede l'omogenizzazione di un'adeguata quantità di matrice, il successivo incremento con una miscela di sostanze attive e la suddivisione in opportuni contenitori. Dieci di tali contenitori, scelti a caso, vengono analizzati per valutare l'omogeneità.

I campioni sono mantenuti congelati prima della spedizione ai partecipanti e spediti in ghiaccio secco.

Altri tre contenitori, sempre scelti a caso, vengono analizzati in doppio successivamente, uno al momento della spedizione dei campioni, uno dopo 24 ore di parziale scongelamento e uno dopo il ricevimento degli ultimi risultati, per valutare la stabilità.

3 CAMPIONI DEL TEST NITRATI

La preparazione del PT prevede l'omogenizzazione di un'adeguata quantità di matrice e la suddivisione in opportuni contenitori. Dieci di tali contenitori, scelti a caso, vengono analizzati per valutare l'omogeneità.

I campioni sono mantenuti congelati prima della spedizione ai partecipanti e spediti in ghiaccio secco.

Altri tre contenitori, sempre scelti a caso, vengono analizzati in doppio successivamente, uno al momento della spedizione dei campioni, uno dopo 24 ore di parziale scongelamento e uno dopo il ricevimento degli ultimi risultati, per valutare la stabilità.

4 COMUNICAZIONI

Le comunicazioni fra ARPAE ed i partecipanti al PT avvengono con l'utilizzo dei seguenti Allegati:

Allegato 1: Programma dei PT anno 2019 – inviato da ARPAE via e-mail con la lettera di presentazione

Allegato 2: COSTI Proficiency Test 2019 - inviato da ARPAE via e-mail con la lettera di presentazione

Allegato 3: scheda di adesione PT anno 2019 - inviato da ARPAE via e-mail con la lettera di presentazione, deve essere restituito compilato nei tempi indicati

Allegato 4: elenco sostanze attive

Foglio di Google: viene predisposto per ogni singolo partecipante, dal momento in cui viene aperta la condivisione fino alla dead line, specificata ad ogni sessione, possono essere immesse le informazioni relative al tempo impiegato per la consegna dei campioni e sullo stato all'arrivo ed inseriti i risultati.

5 SUBAPPALTI

Tutte le determinazioni analitiche riguardanti i campioni del test sono eseguite da un laboratorio accreditato secondo le norme ISO 17025.

6 VALORE ASSEGNATO E DEVIAZIONE STANDARD RELATIVA ROBUSTA

Allo scopo di minimizzare l'influenza dei risultati anomali sulla valutazione statistica, il valore assegnato, o valore vero, e' il valore della media calcolato utilizzando la statistica robusta, come descritto nell'ANNEX C della ISO13258:2015 attraverso l'algoritmo A.

Allo stesso modo si calcola la deviazione standard relativa robusta.

7 PASSAGGI DA SEGUIRE

Per l'anno in corso la partecipazione ai proficiency tests prevede 4 passaggi essenziali:

1. Ogni laboratorio deve compilare ed inviare ad ARPAE l'Allegato 3, scheda di adesione, ricevuto via e-mail, entro la data indicata nella comunicazione; deve altresì indicare chiaramente le sessioni ed i tests di interesse. L'indirizzo e-mail che viene comunicato attraverso la scheda di adesione e' l'unico ad essere utilizzato per le comunicazioni. Eventuali variazioni devono essere formalizzate.

2. I laboratori partecipanti devono rispettare per ogni sessione i tempi indicati per l'invio dei risultati, utilizzando esclusivamente i **Fogli di Google**.

3. ARPAE valuta i risultati una volta superata la data finale per il ricevimento, ed invia ai partecipanti, in formato .pdf, un elaborato per il test fitofarmaci ed uno per il test nitrati; tale elaborato include informazioni sulla preparazione del test, sull'omogeneità e la stabilità, la valutazione statistica ed una rappresentazione grafica dei risultati dei laboratori partecipanti, ogni altra informazione rilevante.

4. I laboratori partecipanti ricevono entro il mese di agosto la fattura relativa ai costi per l'anno in corso, comprendente le spese per i campioni e le spese per le spedizioni; i laboratori partecipanti devono corrispondere quanto dovuto e riportato. I costi sono quelli riportati nell'Allegato 2, costi 2019.

8 QUANTITA' DI CAMPIONE

I laboratori partecipanti ricevono ad ogni sessione di interesse:

- approssimativamente 150 g di campione incrementato per la determinazione di fitofarmaci
- approssimativamente 150 g di campione "bianco" per la determinazione di fitofarmaci
- approssimativamente 50 g di campione per la determinazione di nitrati

9 SPEDIZIONE DEI CAMPIONI

Tutti i campioni del test sono congelati e vengono spediti in scatole di polistirolo contenenti ghiaccio secco, contenute poi in scatole di cartone.

Le date previste per la spedizione sono quelle indicate nell' Allegato 1, programma dei PT anno 2019.

10 AVVERTENZE SULLA MANIPOLAZIONE DEI CAMPIONI

Una volta ricevuti i campioni del test devono essere mantenuti in condizioni opportune fino all'analisi, per evitare ogni deterioramento; i campioni devono essere agitati prima di prelevare l'aliquota necessaria.

Tutti i partecipanti possono utilizzare le proprie procedure analitiche abituali ed i propri materiali di riferimento per l'identificazione e la quantizzazione.

11 RISULTATI E CIFRE SIGNIFICATIVE

Non va riportato alcun risultato se una sostanza attiva non viene ricercata, non viene riscontrata all'analisi, o viene riscontrata al di sotto del LOQ del laboratorio. In questi casi nell'elaborato finale viene indicata come ND.

Il valore delle concentrazioni delle sostanze attive riscontrate all'analisi viene indicato in mg/kg ed il numero di cifre significative e' quello indicato nel documento SANTE /11813/2017, puo' essere aggiunta una cifra significativa per scopi statistici.

intervallo di conc. (mg/kg)	cifre significative	esempi
$LOQ \leq x < 10$	2	0.053; 0.53; 5.3
$x \geq 10$	3 o numero intero	35.2; 352