

PT Fitofarmaci: 1a sessione test prodotti fitosanitari anno 2020



Redazione	Angela Carioli Alessandro Tieghi Diego Tamoni	acarioli@arpae.it atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it
Coordinatore	Alessandro Tieghi	atieghi@arpae.it
Organizzatore	Stefano Forti	sforti@arpae.it

Firmato digitalmente secondo la normativa vigente

Arpae - Agenzia regionale per la prevenzione, l'ambiente e l'energia dell'Emilia-Romagna

Sede legale Via Po 5, 40139 Bologna | tel 051 6223811 | PEC dirgen@cert.arpa.emr.it | www.arpae.it | P.IVA 04290860370

Sezione di Ferrara Via Bologna 534, 44124 Ferrara | tel 0532 234811 | PEC aoofe@cert.arpa.emr.it | www.arpae.it |

Indice

Premessa	4
1. Riservatezza	6
2. Matrice	6
3. Verifica dell'eventuale presenza di residui di prodotti fitosanitari	6
4. Preparazione della matrice	6
5. Preparazione del bianco e relativo codice	7
6. Preparazione degli standard	7
7. Preparazione delle soluzioni per incrementare l'omogenato	7
8. Preparazione dei campioni incrementati e relativo codice	7
9. Conservazione dei bianchi e dei campioni incrementati	7
10. Consegna dei test al corriere	7
11. Ricevimento dei risultati	8
12. Verifica dell'omogeneità e della stabilità	11
13. Elenco delle sostanze attive, valore assegnato della concentrazione e deviazione standard	14
14. Valutazione adeguatezza del metodo	14
15. Errori grossolani ovvi	15
16. Errori Quali-Quantitativi	38
17. Confronto con altri test	38
18. Statistica	42
19. Appelli o Reclami	47
20. Oggetti residui	48
21. Riferimenti	48

Tabelle

Tabella 1: aspetti generali	5
Tabella 2: elenco dei laboratori	6
Tabella 3: riassunto informazioni dai laboratori	8
Tabella 4: dati omogeneità	11
Tabella 5: verifica omogeneità	12
Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità	12
Tabella 7: verifica stabilità A	13
Tabella 8: verifica stabilità B	13
Tabella 9: valore assegnato della concentrazione, std dev = 25% e metodo di valutazione	14
Tabella 10: valutazione adeguatezza del metodo	14
Tabella 11: risultati dai laboratori	15
Tabella 12: statistica risultati ricevuti dai laboratori	16
Tabella 13: risultati dimetoato	17
Tabella 14: risultati indoxacarb	20
Tabella 15: risultati metossifenozide	23
Tabella 16: risultatioxamil	26
Tabella 17: risultatipropamocarb	29
Tabella 18: risultatitebuconazolo	32
Tabella 19: rappresentazione risultati attraverso z-score	35
Tabella 20: riassunto giudizi	35
Tabella 21: AZ ²	36
Tabella 22: Falsi positivi	38
Tabella 23: performance per test con uguale matrice	38
Tabella 24: confronto parametri comuni	38
Tabella 25: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati	39
Tabella 26: dettaglio risultati SSZ e AZ ²	40

Grafici

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore.....	9
Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo.....	9
Grafico 3: Metodi di analisi	10
Grafico 4: confronto medie e incremento teorico	10
Grafico 5: dimetoato	18
Grafico 6: dimetoato	18
Grafico 7: dimetoato- z-score	19
Grafico 8: indoxacarb	21
Grafico 9: indoxacarb	21
Grafico 10: indoxacarb- z-score	22
Grafico 11: metossifenozone	24
Grafico 12: metossifenozone	24
Grafico 13: metossifenozone – z-score.....	25
Grafico 14: oxamil.....	27
Grafico 15: oxamil.....	27
Grafico 16: oxamil- z-score	28
Grafico 17: propamocarb	30
Grafico 18: propamocarb	30
Grafico 19: propamocarb- z-score	31
Grafico 20: tebuconazolo.....	33
Grafico 21: tebuconazolo.....	33
Grafico 22: tebuconazolo- z-score	34
Grafico 23: AZ2.....	37
Grafico 24: risultati nel tempo SSZ e AZ ²	41

Premessa

Da anni la sede di Ferrara del laboratorio multisito di ARPAE Emilia-Romagna si è posta tra gli obiettivi istituzionali di proporre, a strutture pubbliche e private, proficiency test (PT).

Lo scopo del PT è la verifica della performance dei partecipanti in conformità alla revisione in vigore del documento SANTE "Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed" che prevede un' incertezza estesa del 50%.

In relazione alle richieste della Comunità Europea di realizzare piani di controllo coordinati, nel rispetto delle norme in vigore e delle definizioni legali di residuo, viene periodicamente aggiornata la lista delle sostanze attive di interesse.

Si evidenzia che ARPAE ha concluso, con esito positivo, il percorso per conseguire l'accreditamento come proficiency test provider (PTP), nel rispetto della norma UNI CEI ISO/IEC 17043:2010.

Nel rispetto della norma citata, la trattazione statistica dei dati dei partecipanti è stata condotta prevedendo il calcolo del valore assegnato applicando l'Algoritmo A, come descritto nell'ANNEX C della norma 13528:2015, e sono calcolate la media e la deviazione standard relativa robuste.

In base a tale trattamento viene espressa la valutazione complessiva sull'esito del test attraverso AZ^2 , la media dei quadrati degli z-scores. Viene altresì demandata ad ogni laboratorio l'analisi delle cause che hanno portato ad ogni singolo z-score, quale strumento di verifica oggettiva del lavoro svolto.

Tabella 1: aspetti generali

<i>Data di preparazione del test</i>	21/02/2020
<i>Data di consegna al corriere per la spedizione ai laboratori</i>	22/06/2020
<i>Corriere utilizzato</i>	Traser
<i>Campioni (incrementati e bianco) conservati con</i>	ghiaccio secco
<i>Numero campioni incrementati preparati</i>	73
<i>Numero campioni bianchi</i>	72
<i>Numero laboratori cui è stato inviato il test</i>	47
<i>Numero laboratori che hanno fornito risultati</i>	47 pari al 100%
<i>Elenco dei laboratori che hanno partecipato al test</i>	Tabella 2: elenco dei laboratori
<i>Matrice utilizzata</i>	spinaci
<i>Numero di sostanze attive nel test</i>	6
<i>Descrizione sostanze attive</i>	dimetoato indoxacarb metossifenoziide oxamil propamocarb tebuconazolo
<i>Livello di concentrazione</i>	Tabella 9: valore assegnato della concentrazione

Nel mese di febbraio 2020 è stato preparato il primo test sui prodotti fitosanitari dell'anno 2020. Il test è stato inviato a 47 laboratori, di cui alla Tabella 2: elenco dei laboratori

Tabella 2: elenco dei laboratori

AGRIBIOECO	ECOCONTROL SUD
ADESUD	EOS
AGRIPARADIGMA RA	EPTANORD
AGRIPARADIGMA SR	EUROFINS
AGROBIOLAB	EUROLAB
AGROLAB ITALIA	EUROQUALITY LAB
ALPHA ECOLOGIA	FLORAMO
ALS ITALIA	FRUTTAGEL
ANALISIS	GE.PRO.TER.
BIOCHEMIELAB	GREIT
BONASSISA	LA LINEA VERDE
BONDUELLE FRESCO ITALIA	LABCAM
BUCCIARELLI LABORATORIO	LABORATORIO GIUSTO
CADIR LAB	LABORATORIO REI
CAMPOVERDE	LAIMBURG
CENTRO ANALISI DR G. VECCHIO	MARINO
CHELAB PO	PH
CHELAB TV	SAMER c/o C.C.I.A.A. DI BA
CHEMISERVICE	SIALAB
CHI.BI.LAB	SICURAL
CHIMIA	SYNLAB
CONSERVE ITALIA	VASSANELLILAB
CONSORZIO GLOBAL QUALITY MOFLAB	WATER & LIFE
D'ANIELLO	

1. Riservatezza

I laboratori vengono identificati solo ed esclusivamente tramite un codice numerico.

I codici vengono attribuiti con un criterio casuale e comunicati al partecipante al momento della condivisione del Foglio di Google per la trasmissione dei risultati.

Nel caso in cui i risultati di un partecipante debbano essere comunicati a terzi, ciò avviene solo previa conoscenza e autorizzazione scritta del partecipante stesso.

Detta autorizzazione non è prevista nei casi in cui la richiesta provenga da organismi preposti dalla legge, tuttavia l'organizzatore è tenuto a darne comunicazione scritta al partecipante.

2. Matrice

La matrice utilizzata per la preparazione del test è stata: spinaci. Il prodotto, d'origine italiana, è stato acquistato interamente da un fornitore in Regione Emilia Romagna.

3. Verifica dell'eventuale presenza di residui di prodotti fitosanitari

Dall'intera quantità della matrice, è stato ricavato un campione rappresentativo, sul quale si è ricercata l'eventuale presenza di residui. Non sono state rilevate sostanze attive ricomprese nell' Allegato 4 della I40901/PT.

4. Preparazione della matrice

Utilizzando il Mod. 1 dell I40401/PT "Preparazione matrice fitofarmaci" è stata definita la massa di prodotto omogenato necessario per confezionare gli oggetti "campioni incrementati", ed una quantità uguale viene destinata per la preparazione dei "campioni bianchi".

5. Preparazione del bianco e relativo codice

All' aliquota di matrice destinata alla preparazione del bianco è stata addizionata una quantità di acqua esente da residui di prodotti fitosanitari pari circa al 30%. La miscela ottenuta è stata agitata meccanicamente per circa 10 minuti, un tempo sufficiente a renderla omogenea.

Quindi è stata suddivisa in contenitori, su ognuno dei quali è stata posta un'etichetta riportante la dicitura: PT FITOFARMACI-CAMPIONE BIANCO, matrice SPINACI, codice 1S20.

6. Preparazione degli standard

A partire dagli standards puri, nel rispetto dell' istruzione operativa I50618/FE "Registrazione, conservazione e preparazione dei materiali di riferimento, delle relative soluzioni e loro miscele" del SGQ di Arpae, sono state preparate le soluzioni primarie. Il solvente utilizzato è acetone.

Le pesate sono state effettuate con bilancia analitica Mettler AE240 campo di pesata da 0 a 40 g $U_e < 0.0002$ g; tarata secondo quanto riportato nella I50603/LM "Taratura e controllo delle bilance".

La vetreria impiegata è esclusivamente di classe A.

7. Preparazione delle soluzioni per incrementare l'omogenato

La scelta delle sostanze attive da utilizzarsi nella preparazione del test avviene sulla base dell' elenco costituito all' inizio dell'anno di attività, di cui all'Allegato 4 della I40901/PT "Comunicazione coi partecipanti". Viene preparata una soluzione secondaria, contenente in miscela tutte le sostanze attive scelte per il test, in modo da poter effettuare una sola aggiunta all'omogenato, per avere la concentrazione prefissata, in mg/kg, sulla matrice.

8. Preparazione dei campioni incrementati e relativo codice

Utilizzando il Mod. 1 della I40401/PT "Preparazione matrice fitofarmaci" si sono calcolati il peso di matrice omogenata, il volume di acqua, i volumi di soluzione primaria per preparare la soluzione di incremento. L' acqua e la soluzione di incremento sono state aggiunte alla matrice, che in seguito è stata agitata meccanicamente per circa 10 minuti, un tempo sufficiente a renderla omogenea, come confermato dai test riportati nelle Tabelle 5: verifica omogeneità, Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità, e successivamente suddivisa nei contenitori.

Su ognuno di questi è stata posta un'etichetta riportante la dicitura: PT FITOFARMACI - CAMPIONE INCREMENTATO matrice SPINACI, codice test 1S20.

9. Conservazione dei bianchi e dei campioni incrementati

Prima di effettuare la spedizione i campioni sono stati congelati e conservati in freezer, ad una temperatura di $-15 \pm 5^\circ\text{C}$, almeno per una notte. Il controllo della temperatura avviene attraverso un sistema a rete di data logger, tarato e gestito nell'ambito del SGQ di ARPAE, secondo le istruzioni operative I50602/LM "Taratura e utilizzo di strumenti di misura per la temperatura" e I50604/FE "Data logger per i frigoriferi e i congelatori: utilizzo e scarico dei dati".

10. Consegna dei test al corriere

La consegna dei campioni al corriere per la spedizione è avvenuta in data 22/06/2020. Ad ogni laboratorio sono stati consegnati un bianco ed un campione incrementato.

Durante il trasporto, i campioni test ed i bianchi sono stati conservati con ghiaccio secco.

11. Ricevimento dei risultati

In conformità al punto 4.6.1.2 della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010 viene individuata una data univoca per la consegna dei risultati. Per il 1S20 Fitofarmaci è stata individuata come "dead line" il 17/07/2020.

Per la trasmissione dei risultati, con ogni partecipante viene condiviso uno specifico Foglio di Google che riporta il codice identificativo del laboratorio. Come stabilito nella I40441/PT "Piano statistico prove valutative interlaboratorio", i risultati sono stati inseriti direttamente dai partecipanti utilizzando i Fogli di Google precedentemente citati. Al momento della dead line viene tolta la condivisione e la possibilità di modifica. Analogamente, viene inserito direttamente dai partecipanti, lo stato dei campioni all'arrivo, il tempo impiegato per la consegna e il metodo utilizzato per la determinazione dei residui. Tali informazioni sono riportate nella Tabella 3: riassunto informazioni dai laboratori.

Nel Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempoin ore e nel Grafico 2: il dettaglio di quanto indicato in tabella.

Tabella 3: riassunto informazioni dai laboratori

INVIO CAMPIONI E STATO ALL'ARRIVO			TEMPO PER IL TRASPORTO (IN ORE)		
	<i>n°</i>	<i>%</i>	<i>ore</i>	<i>n°</i>	<i>%</i>
campioni inviati	47				
			< 24	19	
ottimo	45	96	24	23	
buono	2	4	48	5	
scarso			72		
			> 72		
moduli	47	100	risultati	47	100

METODI DI ANALISI		
	<i>n°</i>	<i>%</i>
campioni inviati	47	
EN 15662:2018	42	89
Ripartizione liquido:liquido		
Altro	5	11
moduli	47	100

Legenda:

- Invio campioni al Laboratorio

- ✓ *n°* = numero di laboratori che hanno ricevuto il campione con lo stato all'arrivo indicato
- ✓ *%* = numero di laboratori che hanno ricevuto il campione con lo stato all'arrivo indicato, espresso in percentuale rispetto al numero di campioni inviati
- ✓ stato all'arrivo = condizioni di conservazione del campione all'arrivo
 ottimo: congelato in presenza di ghiaccio secco
 buono: senza ghiaccio secco, ma in buone condizioni
 scarso: scongelato

- Tempo per il trasporto

- ✓ ore = numero di ore impiegate per consegnare i campioni presso i laboratori.
- ✓ *n°* = numero dei laboratori che hanno ricevuto il test nelle ore indicate
- ✓ *%* = numero dei laboratori che hanno ricevuto il test nelle ore indicate, espresso in percentuale rispetto al numero di campioni inviati.

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore

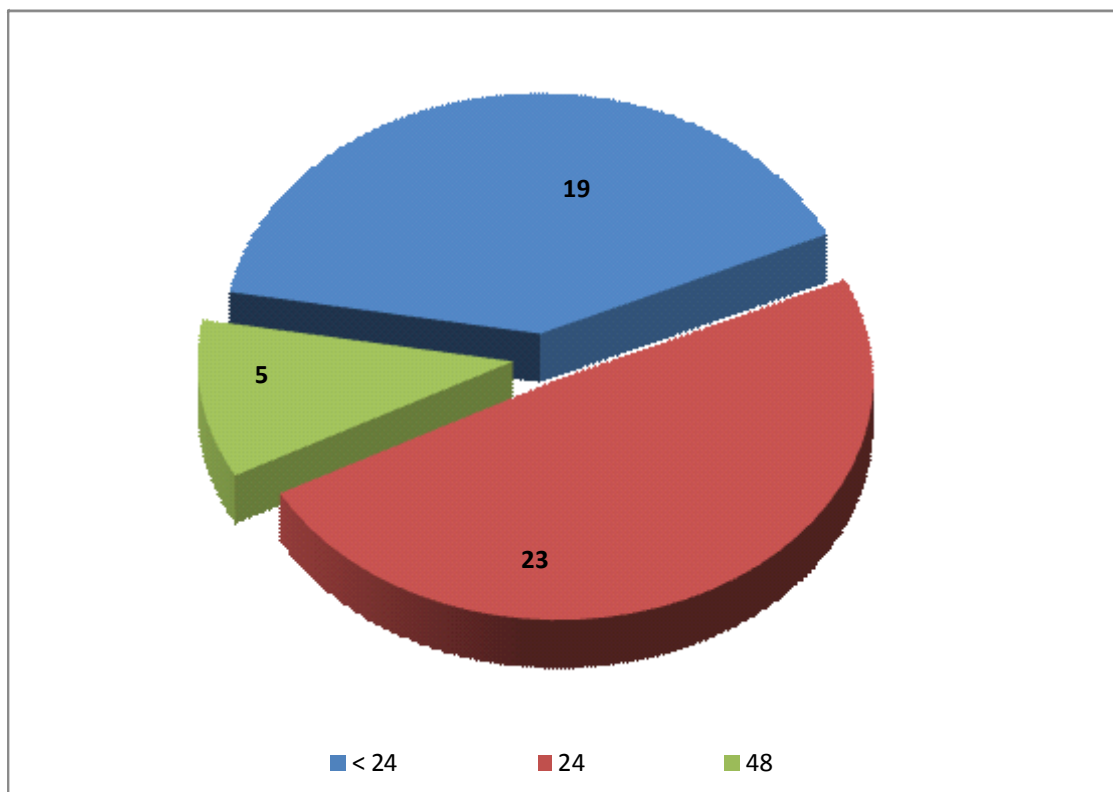


Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo

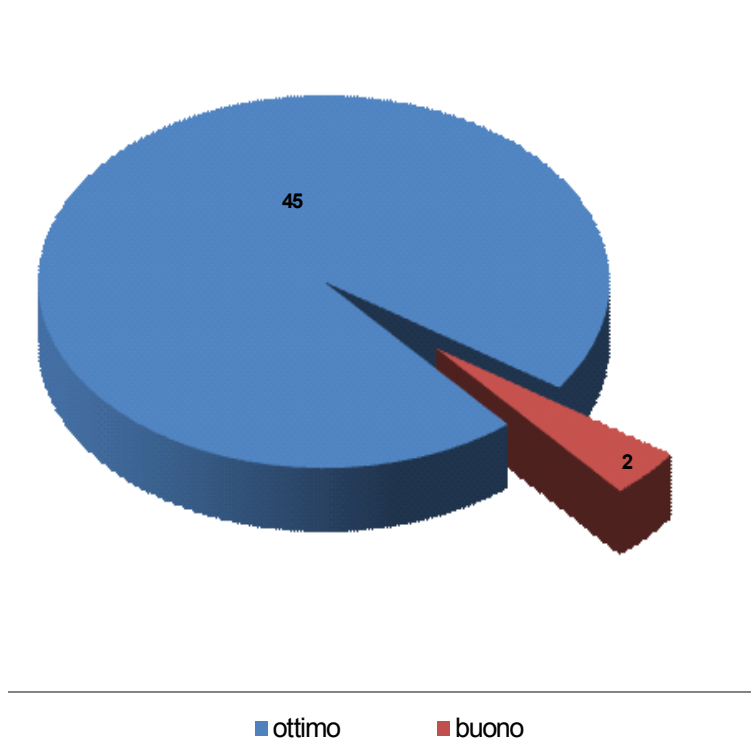


Grafico 3: Metodi di analisi

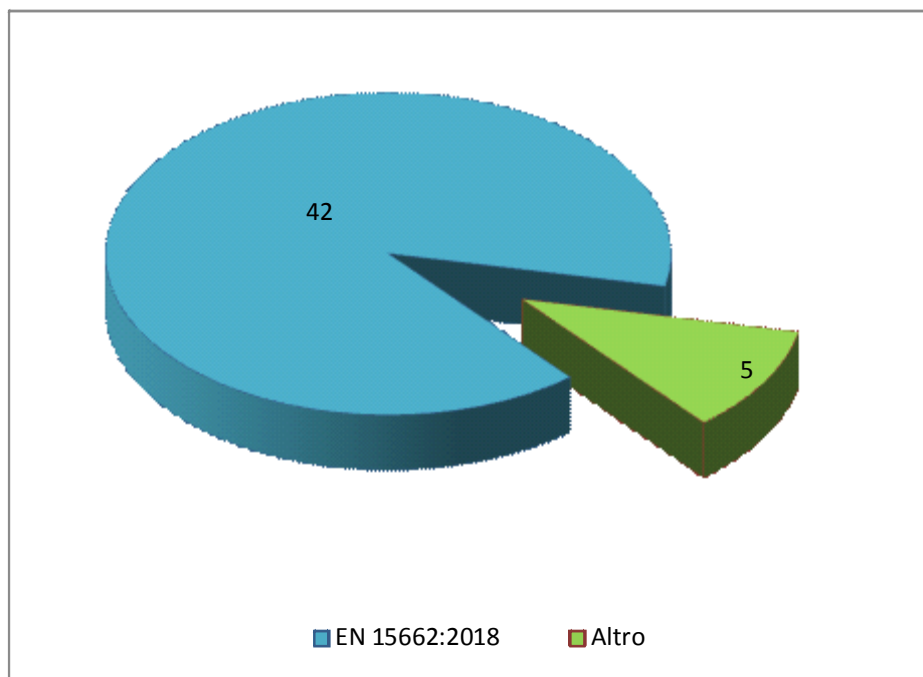
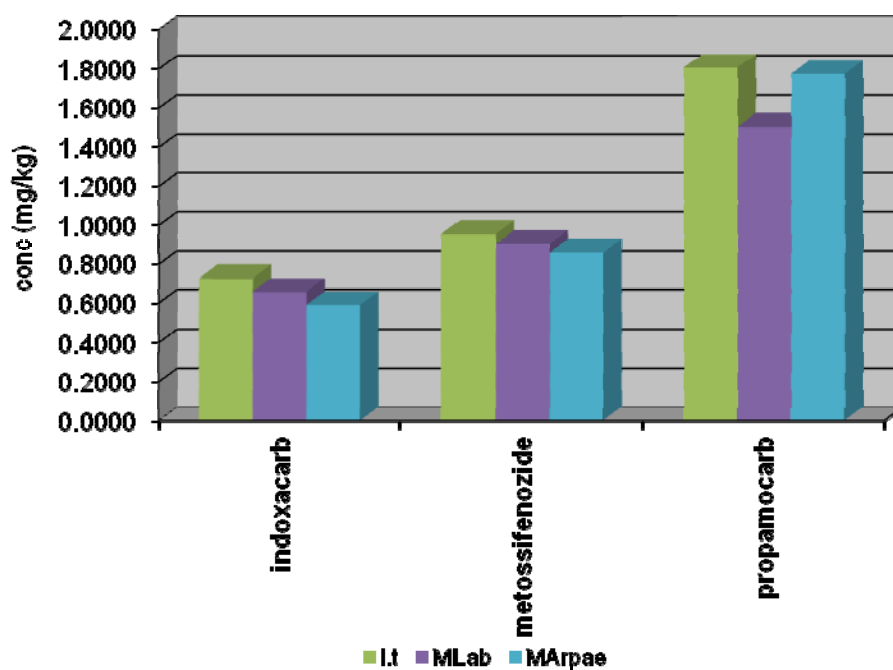
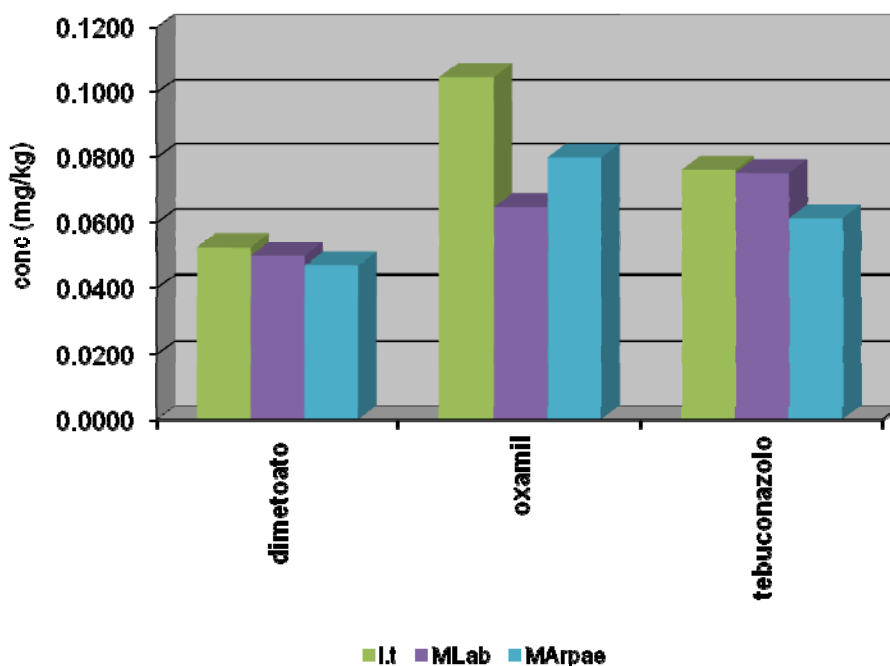


Grafico 4: confronto medie e incremento teorico





12. Verifica dell'omogeneità e della stabilità

In conformità alla I40441/PT "Piano statistico prove valutative interlaboratorio" e alla I40401/PT "Preparazione, omogeneità, stabilità e valore assegnato", prima della spedizione ai laboratori, ARPAE verifica l'omogeneità dei campioni. Su 10 oggetti, scelti a caso sulla globalità, sono state eseguite, in doppio, le analisi delle sostanze attive oggetto del test.

Le procedure di prova utilizzate sono accreditate UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018, raccolti nell'elenco dei metodi/procedure di prova che costituisce parte integrante del sistema di qualità del laboratorio.

Sono state altresì condotte prove riguardanti la verifica della stabilità dei campioni.

I risultati ottenuti applicando i test statistici previsti, unitamente al giudizio, sono raccolti nelle tabelle seguenti.

Tabella 4: dati omogeneità

Descrizione p.a.	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	0.053	0.729	0.955	0.105	1.808	0.076
ripet. 1.1	0.046	0.583	0.853	0.077	1.654	0.060
ripet. 1.2	0.048	0.685	1.104	0.079	1.732	0.070
ripet. 1.3	0.046	0.539	0.806	0.079	1.693	0.057
ripet. 1.4	0.050	0.709	0.858	0.085	1.882	0.069
ripet. 1.5	0.046	0.604	0.829	0.080	1.726	0.059
ripet. 1.6	0.048	0.596	0.883	0.081	1.831	0.066
ripet. 1.7	0.048	0.524	0.840	0.074	1.712	0.061
ripet. 1.8	0.047	0.567	0.887	0.083	1.819	0.059
ripet. 1.9	0.049	0.634	0.835	0.081	1.792	0.064
ripet. 1.10	0.048	0.596	0.866	0.083	1.823	0.062
ripet. 2.1	0.045	0.511	0.734	0.076	1.660	0.057
ripet. 2.2	0.049	0.609	0.867	0.078	1.719	0.060
ripet. 2.3	0.046	0.590	0.859	0.079	1.810	0.057
ripet. 2.4	0.048	0.552	0.868	0.079	1.730	0.061
ripet. 2.5	0.046	0.550	0.823	0.081	1.827	0.060
ripet. 2.6	0.047	0.580	0.879	0.080	1.759	0.061
ripet. 2.7	0.046	0.560	0.840	0.077	1.797	0.059
ripet. 2.8	0.047	0.602	0.817	0.084	1.809	0.061
ripet. 2.9	0.047	0.669	0.939	0.082	1.838	0.065
ripet. 2.10	0.048	0.554	0.855	0.083	1.890	0.060

Tabella 5: verifica omogeneità

Descrizione s.a.	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	0.053	0.729	0.955	0.105	1.808	0.076
Media ARPAE (M_{arpae})	0.047	0.591	0.862	0.080	1.775	0.061
Mediana (m_{arpae})	0.047	0.587	0.856	0.080	1.795	0.061
num. misure (n)	20	20	20	20	20	20
gradi di libertà (gdl)	19	19	19	19	19	19
valore minimo (vm_{arpae})	0.0449	0.5111	0.7343	0.0740	1.6537	0.0566
valore massimo (VM_{arpae})	0.0500	0.7089	1.1038	0.0852	1.8899	0.0696
ds_{arpae}	0.0013	0.0518	0.0695	0.0028	0.0688	0.0037
dev. std. media (Sm_{arpae})	0.00029	0.01158	0.015541	0.000616	0.015393	0.000818
Varianza	0.0000	0.0027	0.0048	0.0000	0.0047	0.0000
Giustizia (Giu_{arpae})	-0.0054	-0.138	-0.09280	-0.02496	-0.0329	-0.01477

Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

Descrizione s.a.	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo
S_w	9.42E-04	4.83E-02	6.67E-02	1.60E-03	5.76E-02	3.19E-03
S_s	8.91E-04	1.93E-02	2.00E-02	2.31E-03	3.87E-02	1.84E-03
σ_{omo}	7.09E-03	8.86E-02	1.29E-01	1.20E-02	2.66E-01	9.21E-03
Valore di controllo $0.3 \sigma_{omo}$	2.13E-03	2.66E-02	3.88E-02	3.60E-03	7.99E-02	2.76E-03
$S_w \leq 0.3 \sigma_{omo}$	VERO	VERO	VERO	VERO	VERO	VERO

Legenda:

S_w : scarto tipo fra le due prove dello stesso campione

S_s : scarto tipo fra le prove delle ripetizioni dei campioni

σ_{omo} : deviazione standard delle prove di omogeneità

Tabella 7: verifica stabilità A

s.a.	giorno 1 1a analisi campione 1	giorno 1 2a analisi campione 2	MEDIA 1	giorno 2 1a analisi campione 3	giorno 2 2a analisi campione 4	MEDIA 2	(M2-M1)	σ	giudizio
dimetoato	0.0464	0.0462	0.046	0.0431	0.0424	0.0428	0.0036	0.0126	Pass
indoxacarb	0.694	0.732	0.713	0.665	0.609	0.637	0.0760	0.1650	Fail
metossifenozone	0.865	0.981	0.923	0.957	0.865	0.911	0.0120	0.2263	Pass
oxamil	0.0889	0.0799	0.0844	0.0832	0.0816	0.0824	0.0020	0.0162	Pass
propamocarb	2.01	2.02	2.02	2.02	2.00	2.01	0.00500	0.3763	Pass
tebuconazolo	0.0790	0.0728	0.0759	0.0714	0.0694	0.0704	0.00550	0.0188	Pass

Nota: giorno1 = giorno della spedizione

giorno 2 = trascorsi 2 giorni di parziale scongelamento dal giorno1

Tabella 8: verifica stabilità B

s.a.	giorno 1 1a analisi campione 1	giorno 1 2a analisi campione 2	MEDIA 1	giorno 3 1a analisi campione 5	giorno 3 2a analisi campione 6	MEDIA 2	(M2-M1)	σ	giudizio
dimetoato	0.0464	0.0462	0.046	0.0419	0.0433	0.0426	0.0037	0.0126	Pass
indoxacarb	0.694	0.732	0.713	0.632	0.701	0.6665	0.0465	0.1650	Pass
metossifenozone	0.8650	0.9810	0.9230	0.9610	0.9730	0.9670	0.044	0.2263	Pass
oxamil	0.0889	0.0799	0.0844	0.0847	0.0831	0.0839	0.0005	0.0162	Pass
propamocarb	2.01	2.02	2.0150	1.97	2.08	2.0250	0.0100	0.3763	Pass
tebuconazolo	0.0790	0.0728	0.0759	0.0747	0.0730	0.0739	0.0021	0.0188	Pass

Nota: giorno 1 = giorno della spedizione

giorno 3 = trascorsi 10 gg dal ricevimento dell'ultimo risultato

13. Elenco delle sostanze attive, valore assegnato della concentrazione e deviazione standard

Lo z-score viene calcolato utilizzando come deviazione standard il 25% del valore assegnato.

Il valore vero assegnato e' ottenuto dalla media robusta dei risultati dei laboratori, calcolata con l'Algoritmo A, con l'esclusione dei soli valori anomali grossolani ovvi.

La seguente tabella riassume l'elenco dei parametri oggetto del test, il valore assegnato, la deviazione standard pari al 25% del valore assegnato e il criterio adottato per la valutazione della performance, in base alla relazione tra l'incertezza associata al parametro e la deviazione standard del PT.

Lo z'-score viene calcolato nel caso in cui non siano rispettate uno o piu' delle seguenti condizioni: omogeneita', stabilita', relazione fra σ_{PT} ed incertezza $u_{(xPT)}$

Trattandosi di valori di consenso si ritiene ininfluenza la descrizione della riferibilita' metrologica.

Tabella 9: valore assegnato della concentrazione, std dev = 25% e metodo di valutazione

parametri	media robusta (mg/kg)	std dev 25%	$u_{(xPT)}$	$u_{(xPT)} > 0.3\sigma_{PT}$	metodo di valutazione
dimetoato	0.0503	0.0126	0.00110	no	z-score
indoxacarb	0.660	0.165	0.0187	no	z-score
metossifenozone	0.905	0.226	0.0273	no	z-score
oxamil	0.0648	0.0162	0.00190	no	z-score
propamocarb	1.51	0.376	0.0478	no	z-score
tebuconazolo	0.0755	0.0189	0.00160	no	z-score

Per la sostanza attiva indoxacarb, una delle valutazioni della stabilita' non ha dato esito conforme, pertanto per tale sostanza verra calcolato il parametro z'-score.

14. Valutazione adeguatezza del metodo

In conformita' al punto B1.1 della norma ISO 13528:2015, viene richiesto, per ogni parametro, di valutare se lo scarto di ripetibilita' del laboratorio che ha eseguito le analisi di omogeneita', calcolato ad un livello di concentrazione prossimo a quello della sostanza attiva oggetto di valutazione, e' sufficientemente piccolo per poter valutare effetti di disomogeneita'. Viene utilizzata la seguente relazione:

$$\frac{S_{\text{val ARP AE}}}{\sigma_{PT}} < 0.5$$

dove:

$S_{\text{val ARP AE}}$: rappresenta lo scarto tipo ottenuto in sede di validazione dal PTP

σ_{PT} : deviazione standard pari al 25% della media robusta.

Tabella 10: valutazione adeguatezza del metodo

Sostanza attiva	i.t.	media robusta (mg/kg)	$S_{\text{val ARP AE}}$	$\frac{S_{\text{val ARP AE}}}{\sigma_{PT}} < 0.5$	Valutazione
dimetoato	0.0526	0.0503	0.00069	0.055	sì
indoxacarb	0.729	0.660	0.0079	0.048	sì
metossifenozone	0.955	0.905	0.0042	0.019	sì
oxamil	0.105	0.0648	0.00328	0.202	sì
propamocarb	1.81	1.51	0.00237	0.006	sì
tebuconazolo	0.0762	0.0755	0.0042	0.223	sì

Tabella 11: risultati dai laboratori

Descrizione p.a. <i>incremento teorico (mg/kg)</i>	dimetoato 0.053	indoxacarb 0.729	metossifenozone 0.955	oxamil 0.105	propamocarb 1.808	tebuconazolo 0.076
15	0.048	0.7	0.84	0.053	1.2	NR
93	0.046	1.760	2.05	0.058	1.68	0.08
106	0.05	0.729	0.83	0.056	1.750	0.058
114	0.0591	0.7039	0.8789	0.069	1.504	0.0848
123	0.046	0.68	0.956	0.073	1.700	0.080
127	0.06	0.940	1.25	0.088	1.770	0.1
141	0.064	0.77	1.084	0.076	1.798	0.076
144	0.0519	0.676	0.752	0.0675	1.35	0.0806
149	0.05	0.670	0.87	0.059	1.310	0.072
160	0.062	0.58	1.129	0.067	2.13	0.082
168	0.054	0.742	0.862	0.052	1.300	0.072
183	0.048	0.532	0.833	0.062	1.4	0.07
207	0.035	0.363	ND	0.038	ND	0.095
220	0.048	0.57	0.85	0.067	1.7	0.076
251	0.049	0.684	0.83	0.054	1.328	0.073
273	0.07	0.6	0.9	0.065	1.150	0.1
297	0.049	0.608	0.854	0.074	1.666	0.065
313	0.056	0.578	0.791	0.063	1.212	0.066
338	0.041	0.196	1.1	0.062	1.7	0.1000
345	0.055	0.79	0.95	0.069	1.55	0.085
391	0.058	0.705	0.783	0.078	1.308	0.077
393	0.056	0.67	0.91	0.064	1.46	0.073
395	0.053	0.72	1.1	0.065	1.65	0.075
414	0.046	0.605	0.830	0.083	1.600	0.07
421	0.049	0.350	ND	0.054	1.050	NR
465	0.05	0.58	0.87	0.065	1.2	0.062
499	0.055	0.730	ND	0.069	1.59	0.069
511	0.03	ND	0.8	0.05	1.125	0.043
512	0.046	0.65	0.94	0.067	1.600	0.0800
520	0.043	0.764	0.841	0.054	1.35	0.088
529	0.055	0.6	0.9	0.08	1.75	0.069
565	0.0518	0.727	1.01	0.0756	1.700	0.0835
593	0.047	0.628	0.781	0.052	1.440	0.074
622	0.05	0.560	0.87	0.067	1.700	0.078
638	0.05	0.61	1.124	0.071	1.866	0.075
671	0.049	0.702	0.88	0.078	1.55	0.077
676	0.039	0.69	0.690	ND	1.4700	0.0730
683	0.048	0.445	0.742	0.062	1.240	0.054
703	0.034	0.59	ND	ND	ND	ND
724	0.050	0.690	0.74	0.055	1.206	0.064
729	0.05	0.620	0.730	0.060	1.800	0.070
740	0.045	0.55	0.86	0.065	1.644	0.067
795	0.051	0.78	1	0.076	1.65	0.079
823	0.056	0.800	1.4	0.0690	1.5	0.083
859	0.048	0.751	0.934	0.068	1.580	0.078
896	0.061	ND	1.305	ND	ND	0.081
945	0.044	0.7000	0.8000	0.0500	1.1800	0.071

15. Errori grossolani ovvi

Non sono presenti valori corrispondenti ad errori grossolani ovvi.

Tabella 12: statistica risultati ricevuti dai laboratori

<i>Statistica</i>	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo
<i>i.t. (mg/kg)</i>	0.461	0.519	0.102	0.0339	0.0798	0.0248
Media Robusta	0.0503	0.660	0.905	0.0648	1.51	0.0755
Mediana (m_{Lab})	0.0500	0.676	0.870	0.0650	1.55	0.0755
num. misure (n)	47	45	43	44	44	44
gradi di libertà (gdl)	46	44	42	43	43	43
n° lab. con nr	0	0	0	0	0	2
n° lab. con nd	0	2	4	3	3	1
valore minimo (vm_{Lab})	0.0300	0.196	0.690	0.0380	1.05	0.0430
valore massimo (VM_{Lab})	0.0700	1.76	2.05	0.0880	2.13	0.100
ds robusta	0.00649	0.100	0.144	0.0102	0.254	0.00916
stddev 25%	0.0126	0.165	0.226	0.0162	0.376	0.0189
dev. std. media (Sm_{Lab})	0.00110	0.0313	0.0355	0.00152	0.0360	0.00170
Varianza	5.69E-05	4.41E-02	5.42E-02	1.02E-04	5.72E-02	1.27E-04
Giustizia (Giu_{Lab})	-2.27E-03	-6.92E-02	-4.97E-02	-4.02E-02	-3.03E-01	-9.39E-04
Incertezza ($U_{(XPT)}$)	0.00110	0.0187	0.0273	0.00190	0.0478	0.00160

Analisi statistica dei dati per parametro

Tabella 13: risultati dimetoato

codice laboratorio	dimetoato
15	0.048
93	0.046
106	0.05
114	0.0591
123	0.046
127	0.06
141	0.064
144	0.0519
149	0.05
160	0.062
168	0.054
183	0.048
207	0.035
220	0.048
251	0.049
273	0.07
297	0.049
313	0.056
338	0.041
345	0.055
391	0.058
393	0.056
395	0.053
414	0.046
421	0.049
465	0.05
499	0.055
511	0.03
512	0.046
520	0.043
529	0.055
565	0.0518
593	0.047
622	0.05
638	0.052
671	0.049
676	0.039
683	0.048
703	0.034
724	0.05
729	0.05
740	0.045
795	0.051
823	0.056
859	0.048
896	0.061
945	0.044

Grafico 5: dimetoato

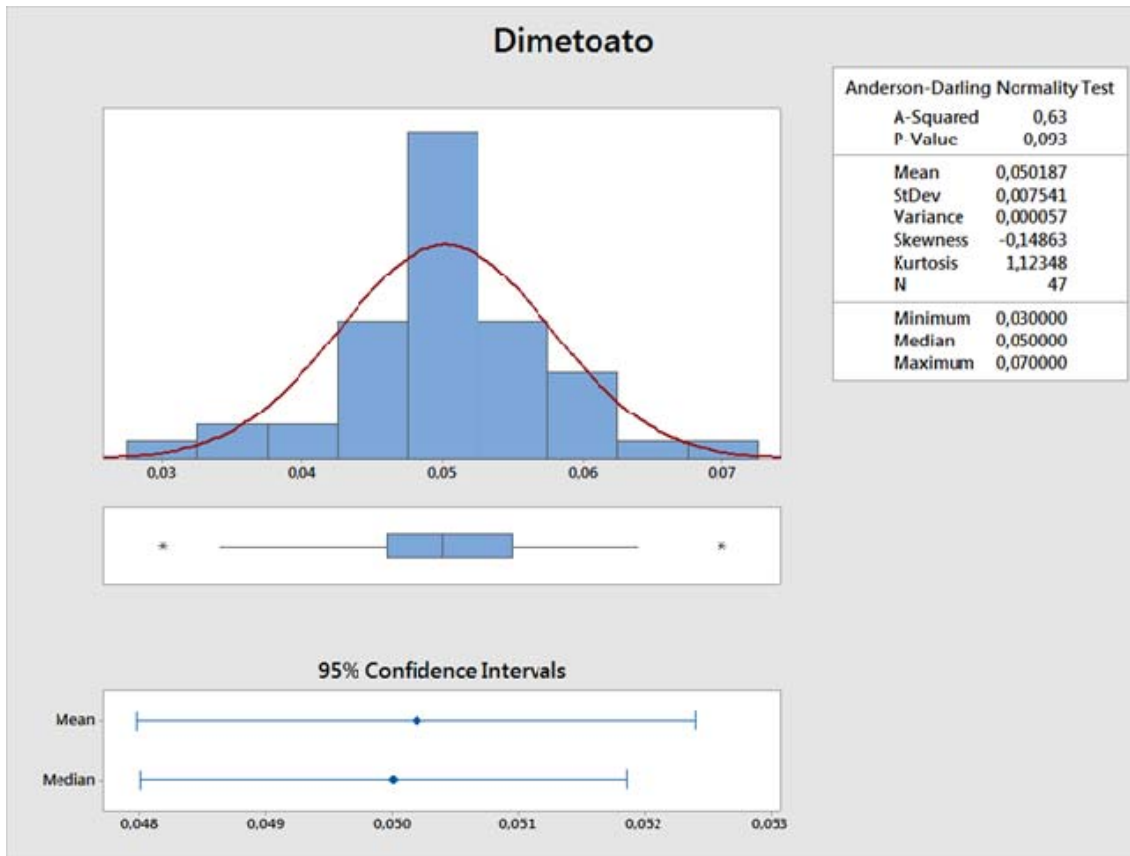


Grafico 6: dimetoato

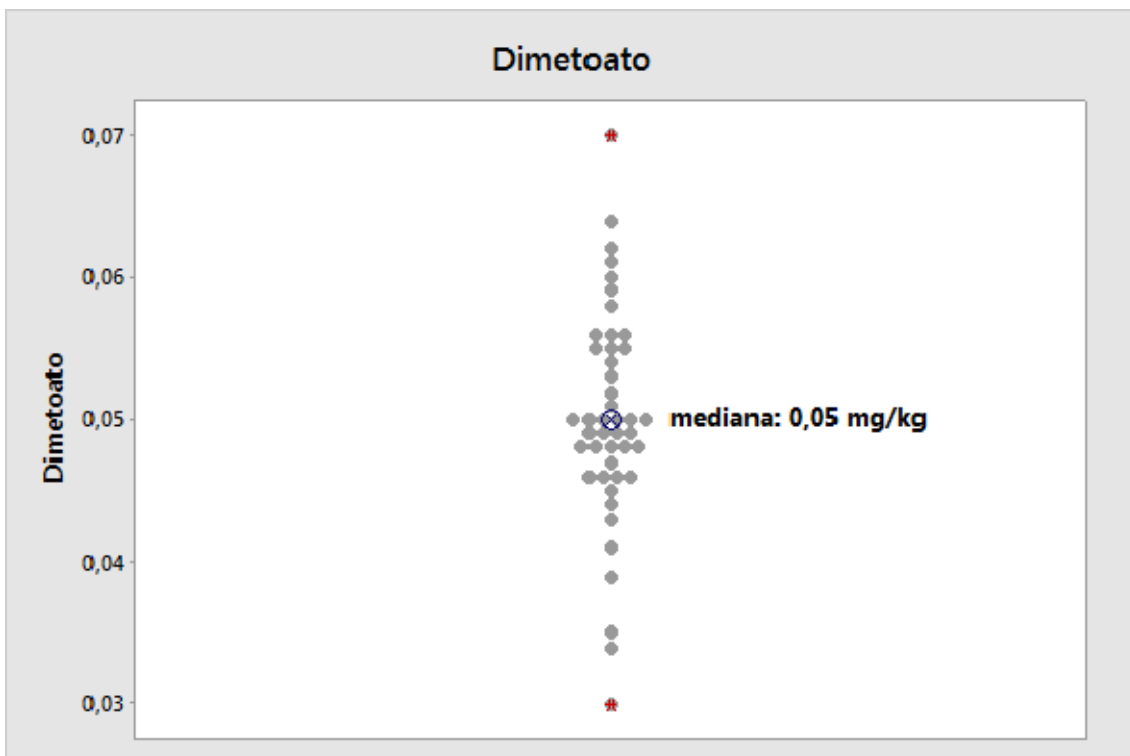


Grafico 7: dimetoato- z-score

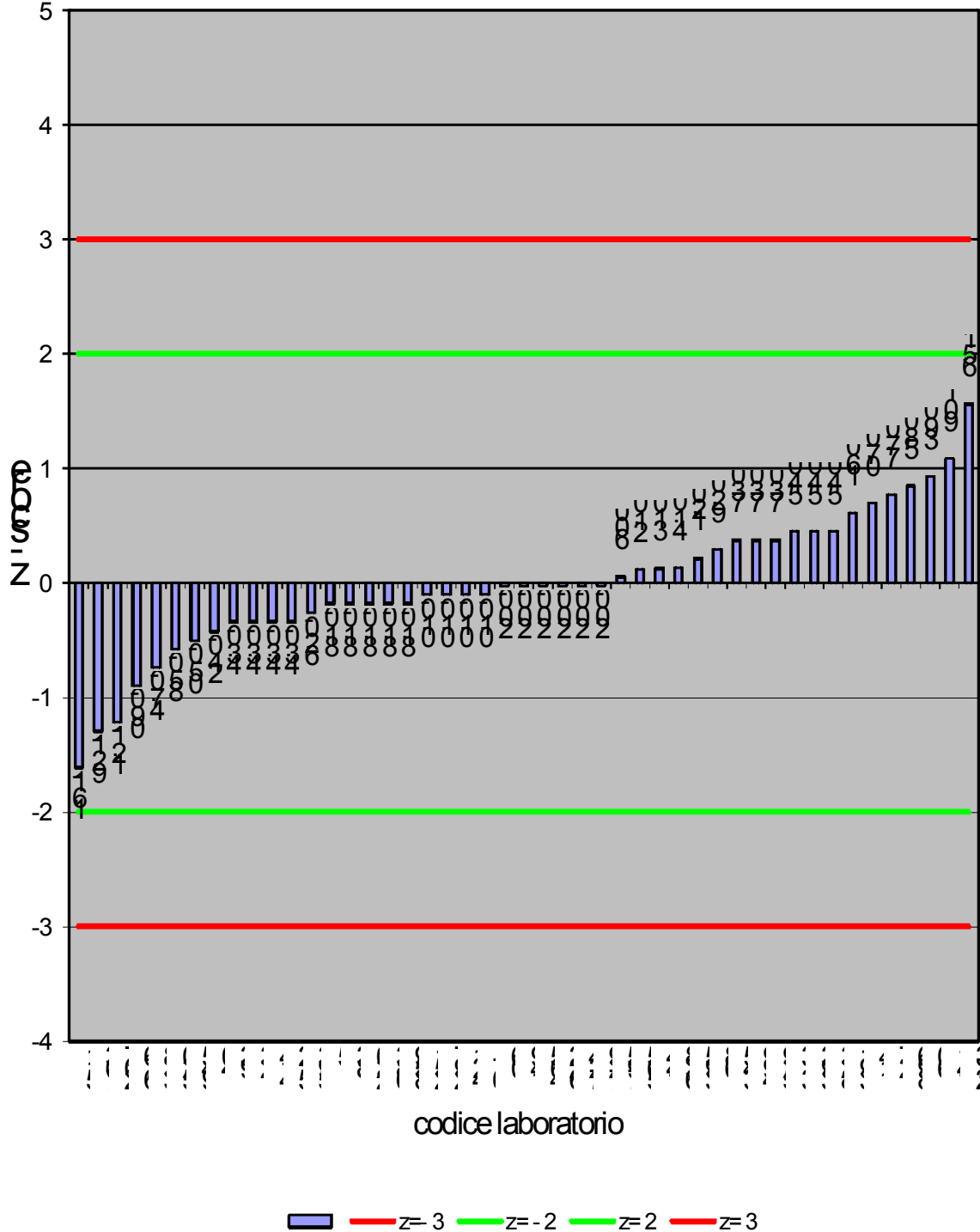


Tabella 14: risultati indoxacarb

codice laboratorio	indoxacarb
15	0.7
93	1.76
106	0.729
114	0.7039
123	0.68
127	0.94
141	0.77
144	0.676
149	0.67
160	0.58
168	0.742
183	0.532
207	0.363
220	0.57
251	0.684
273	0.6
297	0.608
313	0.578
338	0.196
345	0.79
391	0.705
393	0.67
395	0.72
414	0.605
421	0.35
465	0.58
499	0.73
511	ND
512	0.65
520	0.764
529	0.6
565	0.727
593	0.628
622	0.56
638	0.613
671	0.702
676	0.69
683	0.445
703	0.59
724	0.69
729	0.62
740	0.55
795	0.78
823	0.8
859	0.751
896	ND
945	0.7

Grafico 8: indoxacarb

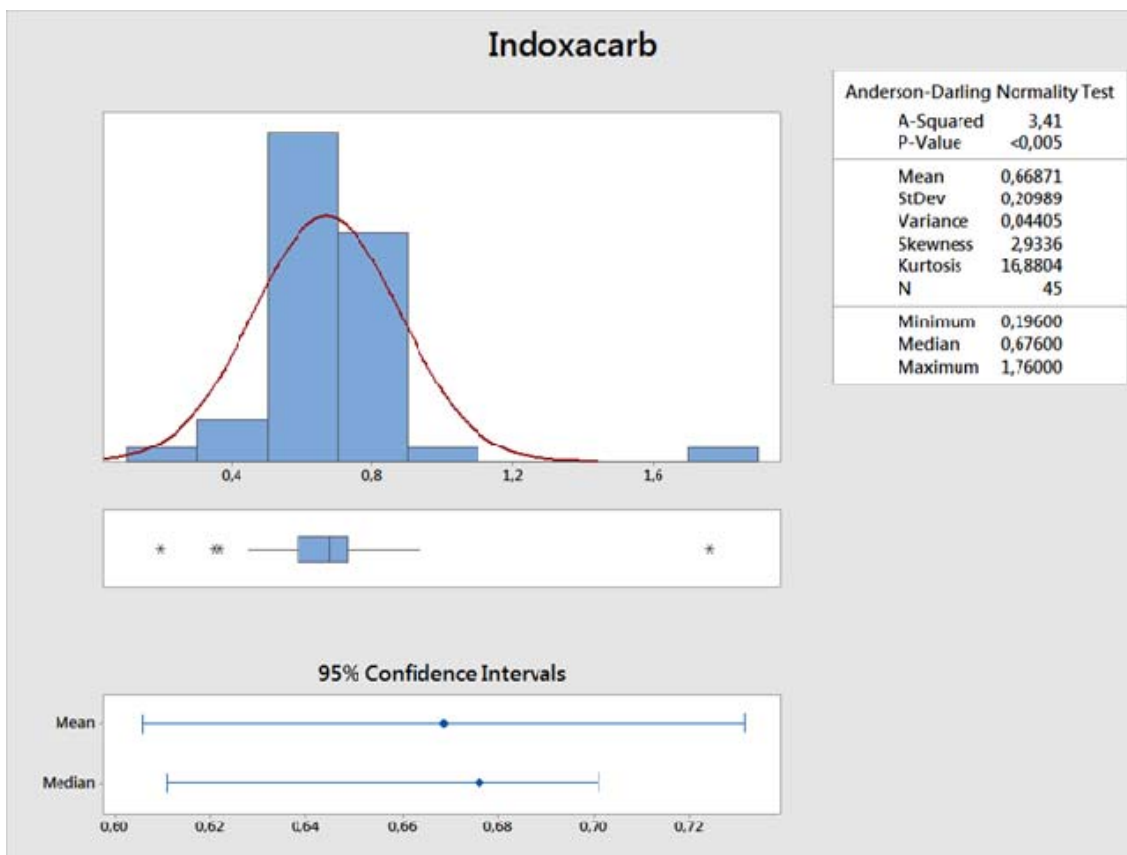


Grafico 9: indoxacarb

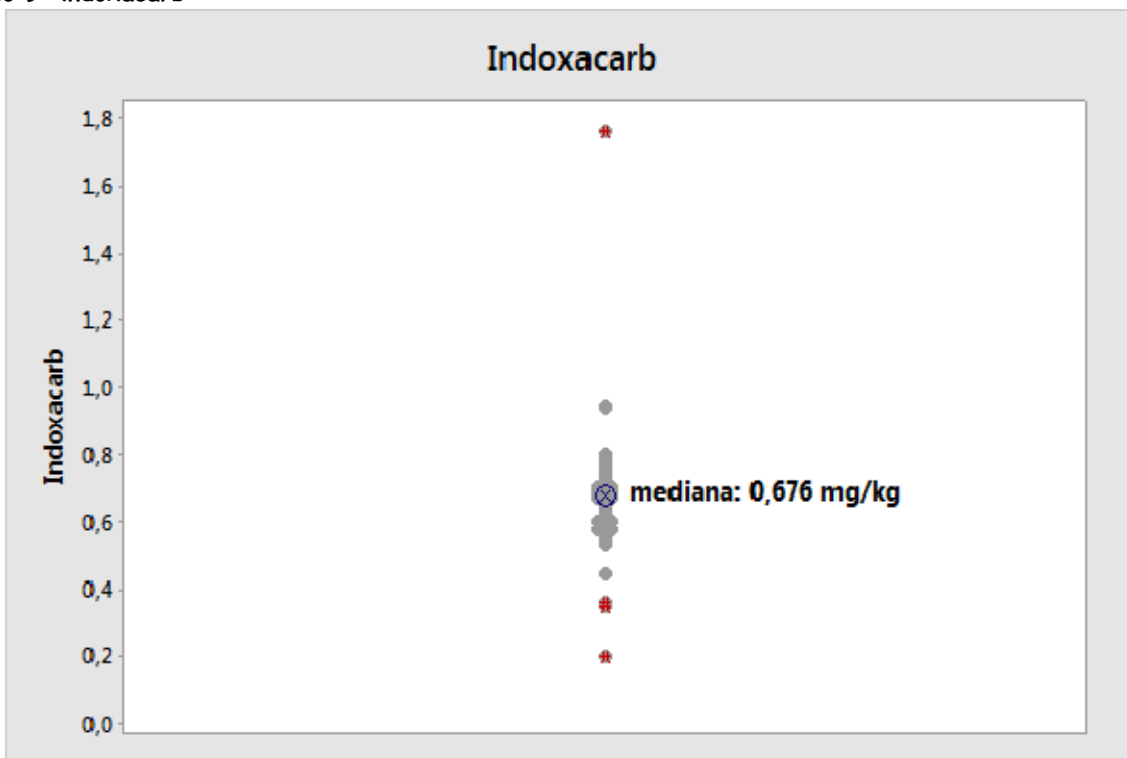
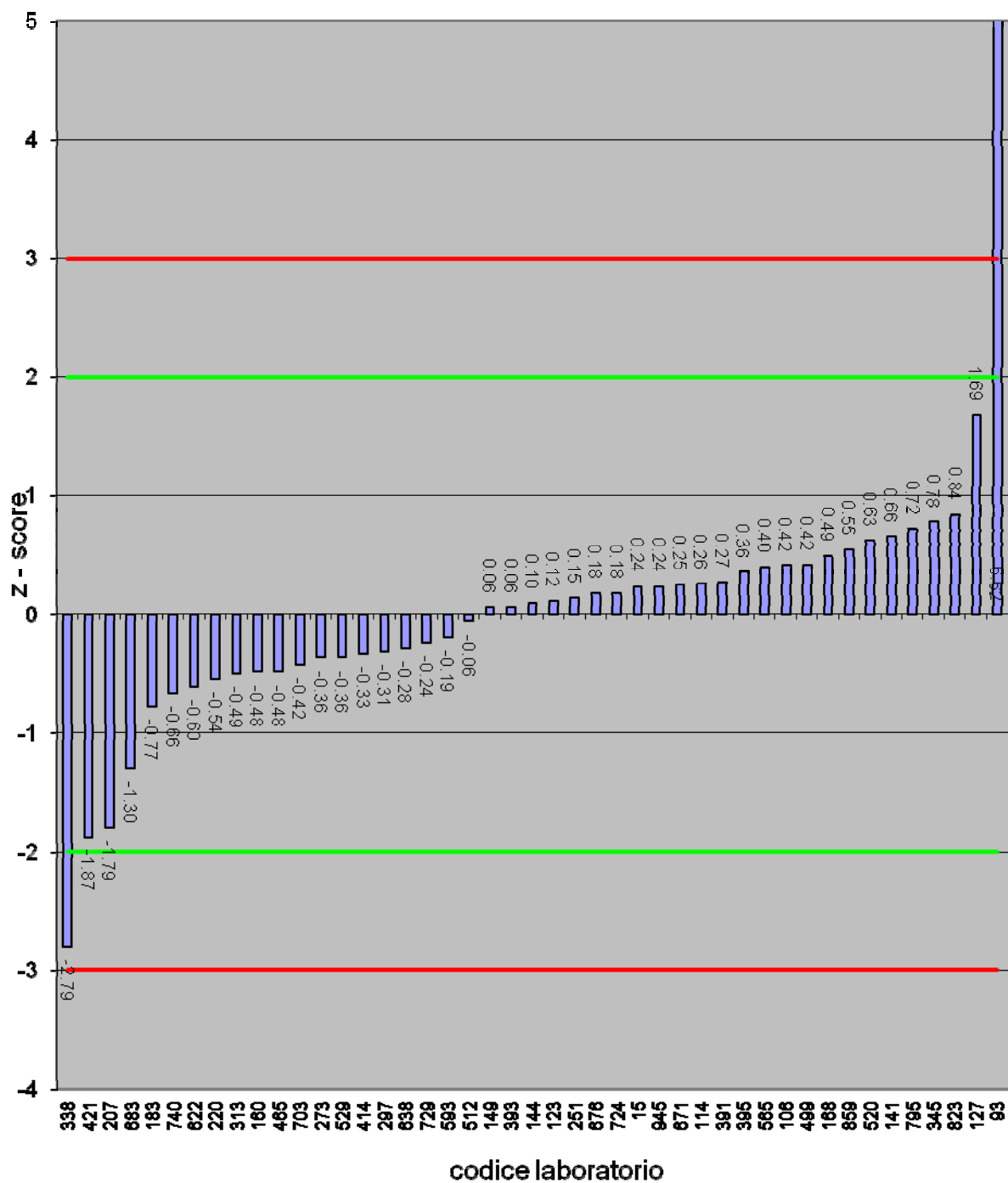


Grafico 10: indoxacarb- z-score



■ z = 3 ■ z = 3 ■ z = 2 ■ z = 2 ■ z = 3

Tabella 15: risultati metossifenozone

codice laboratorio	metossifenozone
15	0.84
93	2.05
106	0.83
114	0.8779
123	0.956
127	1.25
141	1.084
144	0.752
149	0.87
160	1.129
168	0.862
183	0.833
207	ND
220	0.85
251	0.83
273	0.9
297	0.854
313	0.791
338	1.1
345	0.95
391	0.783
393	0.91
395	1.1
414	0.83
421	ND
465	0.87
499	ND
511	0.8
512	0.94
520	0.841
529	0.9
565	1.01
593	0.781
622	0.87
638	1.124
671	0.88
676	0.69
683	0.742
703	ND
724	0.74
729	0.73
740	0.86
795	1
823	1.4
859	0.934
896	1.305
945	0.8

Grafico11: metossifenoide

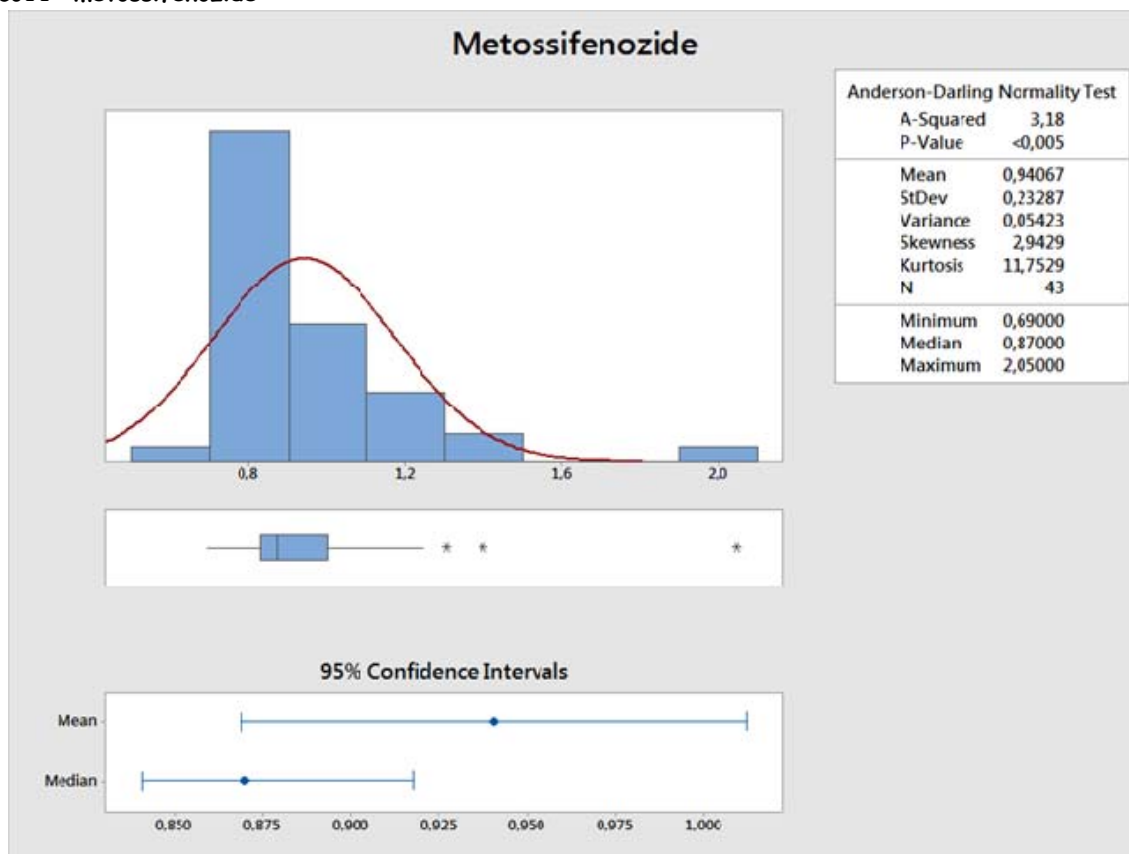


Grafico12: metossifenoide

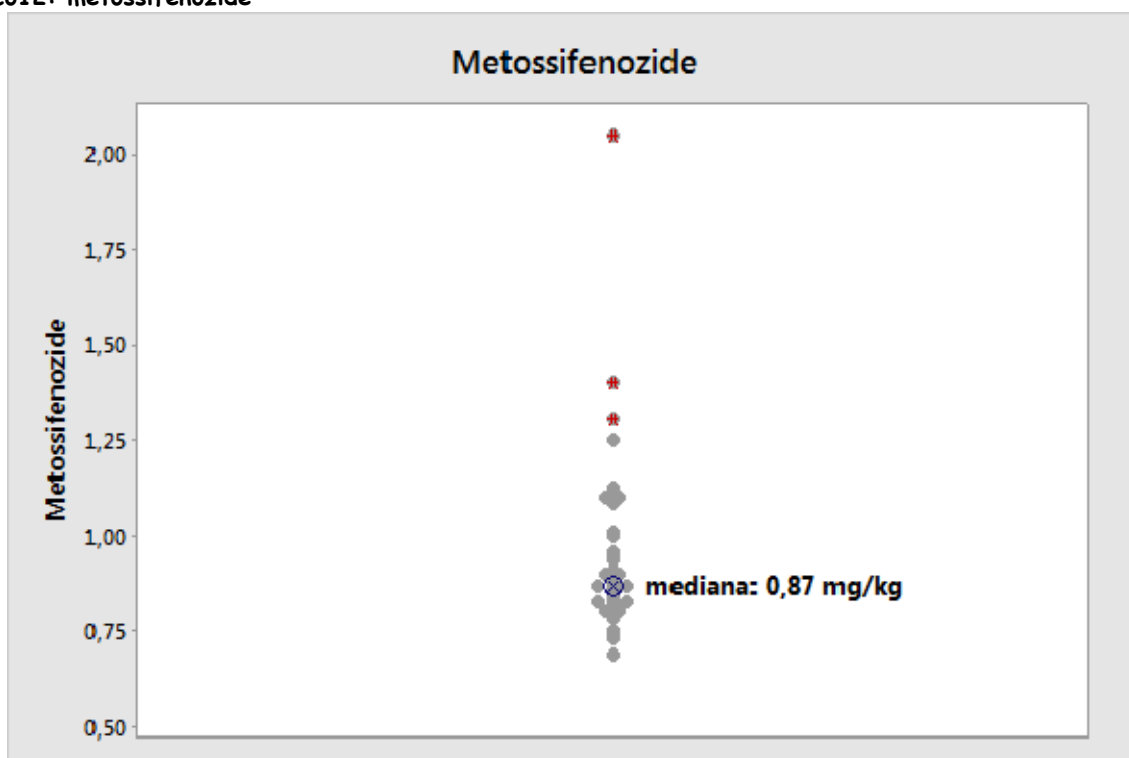


Grafico 13: metossifenozone - z-score

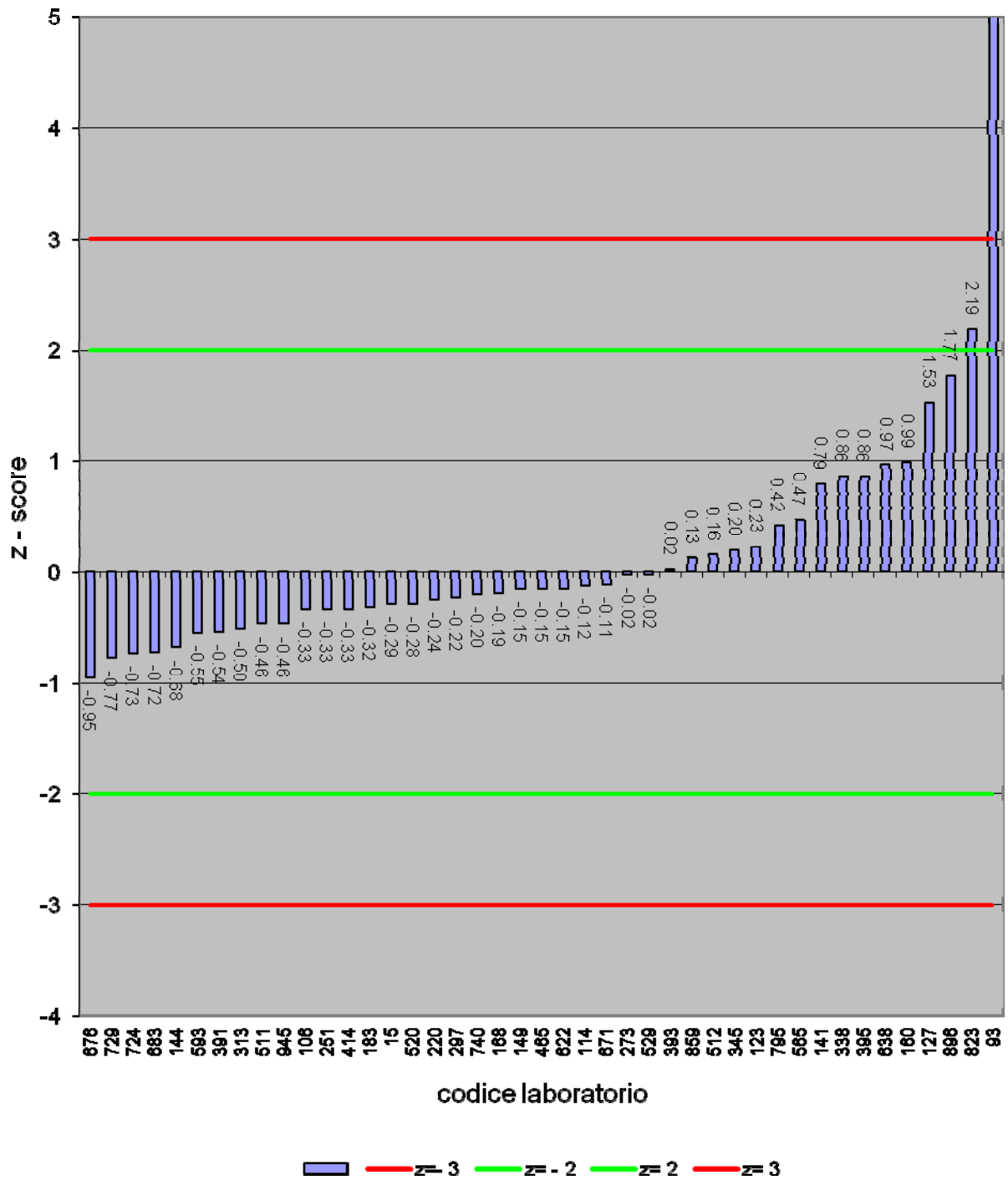


Tabella 16: risultatioxamil

codice laboratorio	oxamil
15	0.053
93	0.058
106	0.056
114	0.069
123	0.073
127	0.088
141	0.076
144	0.0675
149	0.059
160	0.067
168	0.052
183	0.062
207	0.038
220	0.067
251	0.054
273	0.065
297	0.074
313	0.063
338	0.062
345	0.069
391	0.078
393	0.064
395	0.065
414	0.083
421	0.054
465	0.065
499	0.069
511	0.05
512	0.067
520	0.054
529	0.08
565	0.0756
593	0.052
622	0.067
638	0.071
671	0.078
676	ND
683	0.062
703	ND
724	0.055
729	0.06
740	0.065
795	0.076
823	0.069
859	0.068
896	ND
945	0.05

Grafico 14: oxamil

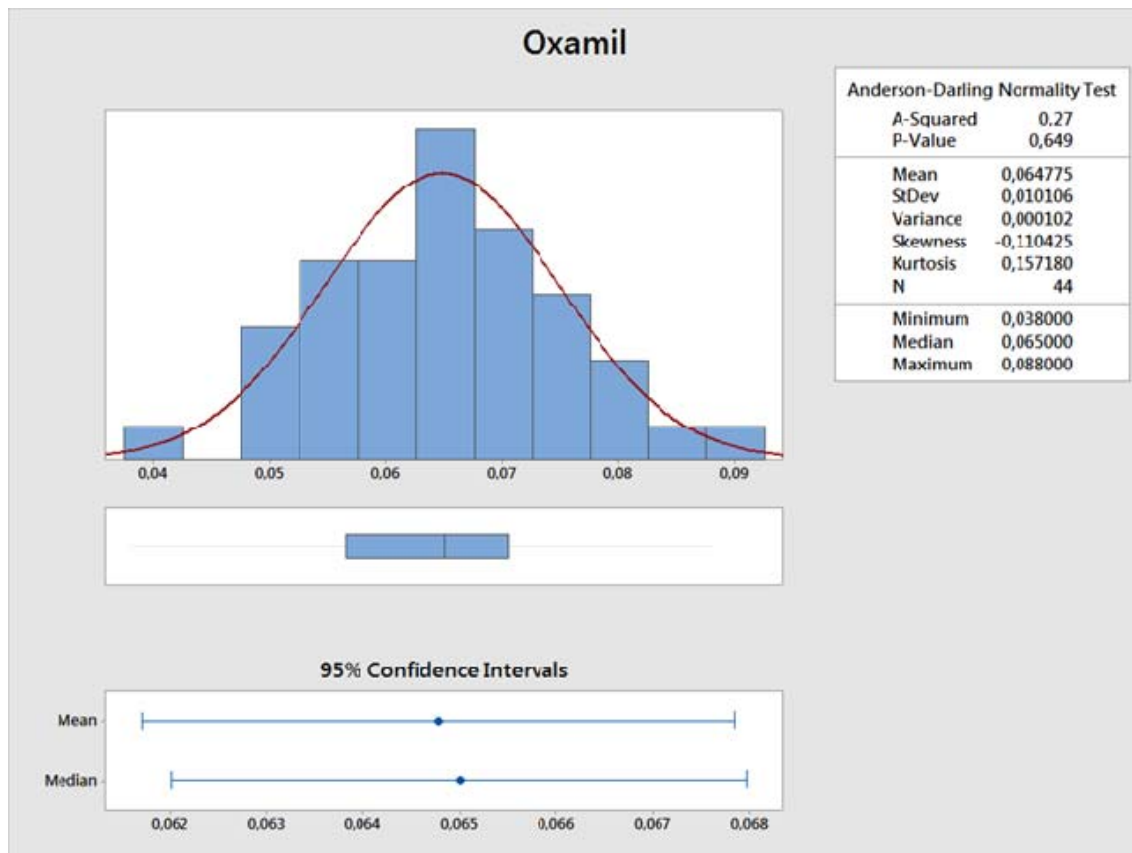


Grafico 15: oxamil

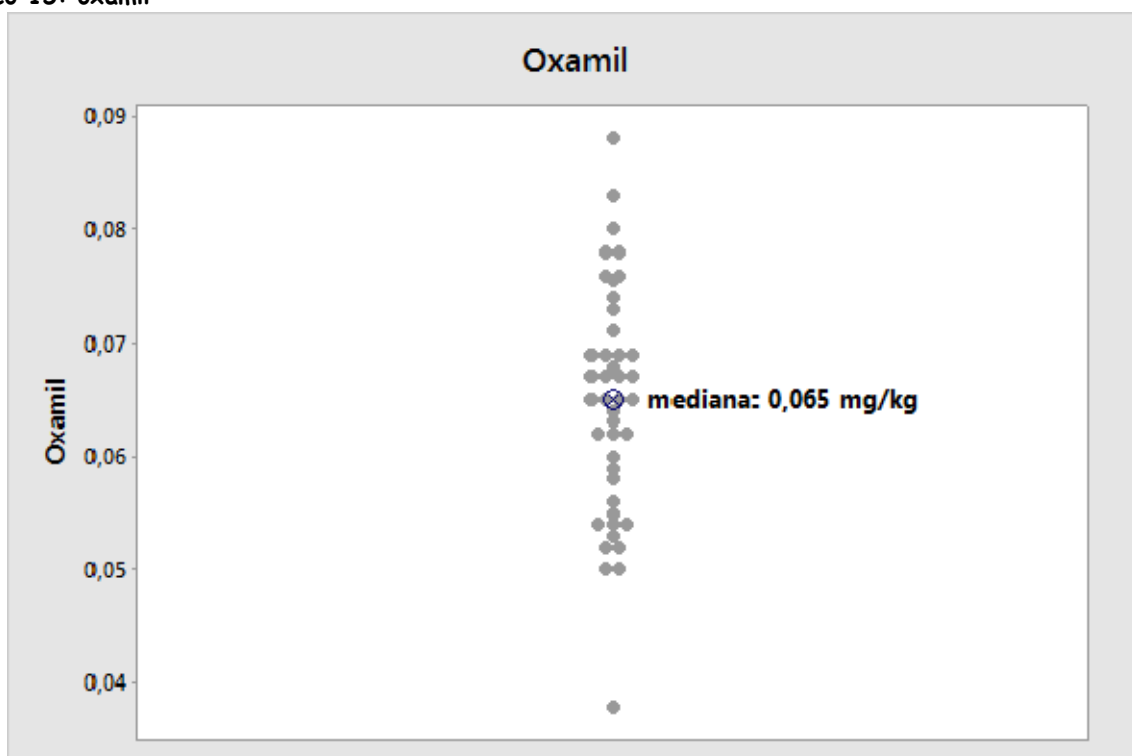
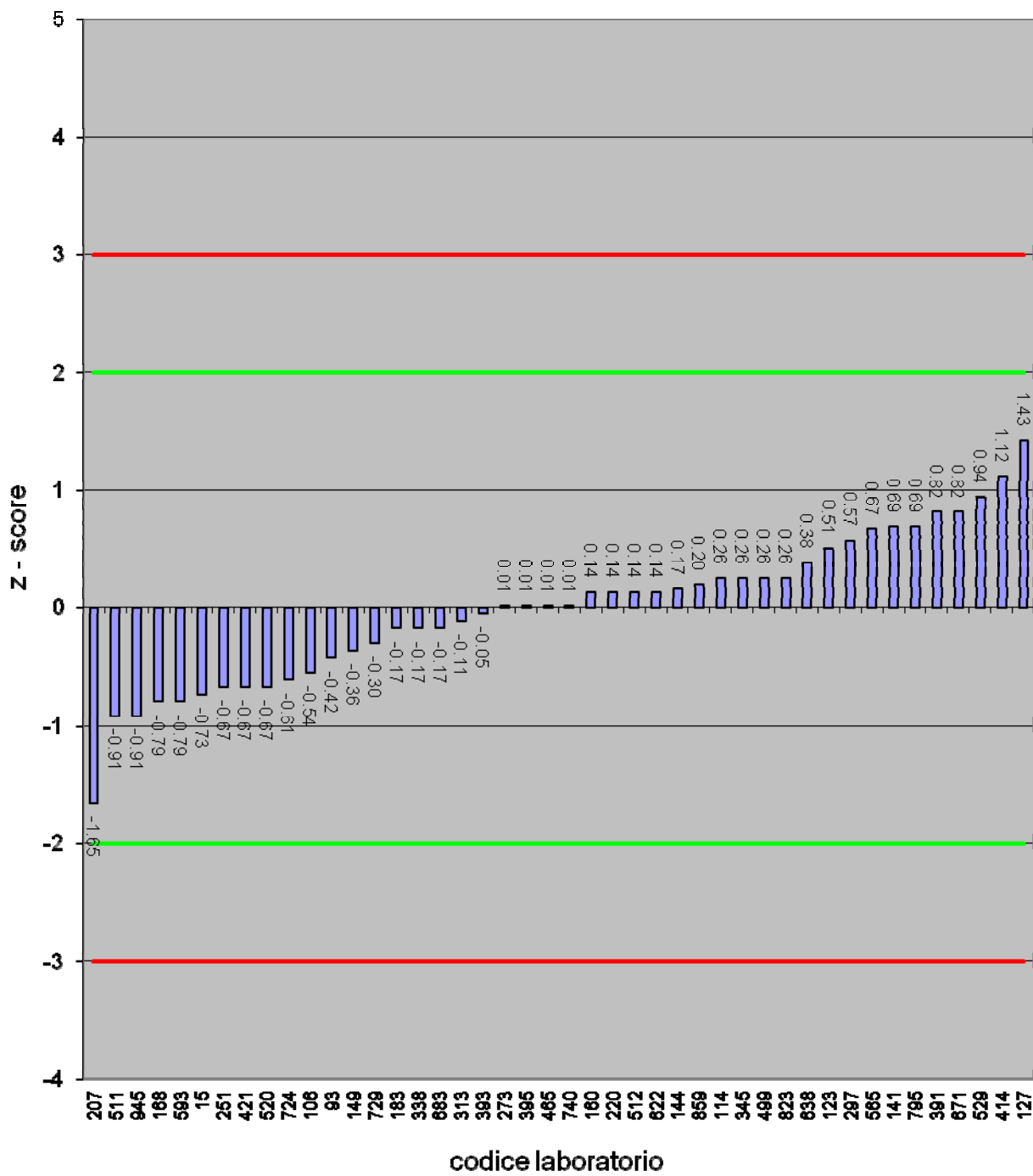


Grafico 16: oxamil- z-score



■ z-score ■ z= 3 ■ z= 2 ■ z= 2 ■ z= 3

Tabella 17: risultatipropamocarb

codice laboratorio	propamocarb
15	1.2
93	1.68
106	1.75
114	1.5037
123	1.7
127	1.77
141	1.798
144	1.35
149	1.310
160	2.133
168	1.3
183	1.4
207	ND
220	1.7
251	1.328
273	1.15
297	1.666
313	1.212
338	1.7
345	1.55
391	1.308
393	1.46
395	1.65
414	1.6
421	1.05
465	1.2
499	1.59
511	1.125
512	1.6
520	1.35
529	1.75
565	1.7
593	1.44
622	1.7
638	1.866
671	1.55
676	1.47
683	1.24
703	ND
724	1.206
729	1.8
740	1.644
795	1.65
823	1.5
859	1.58
896	ND
945	1.18

Grafico17: propamocarb

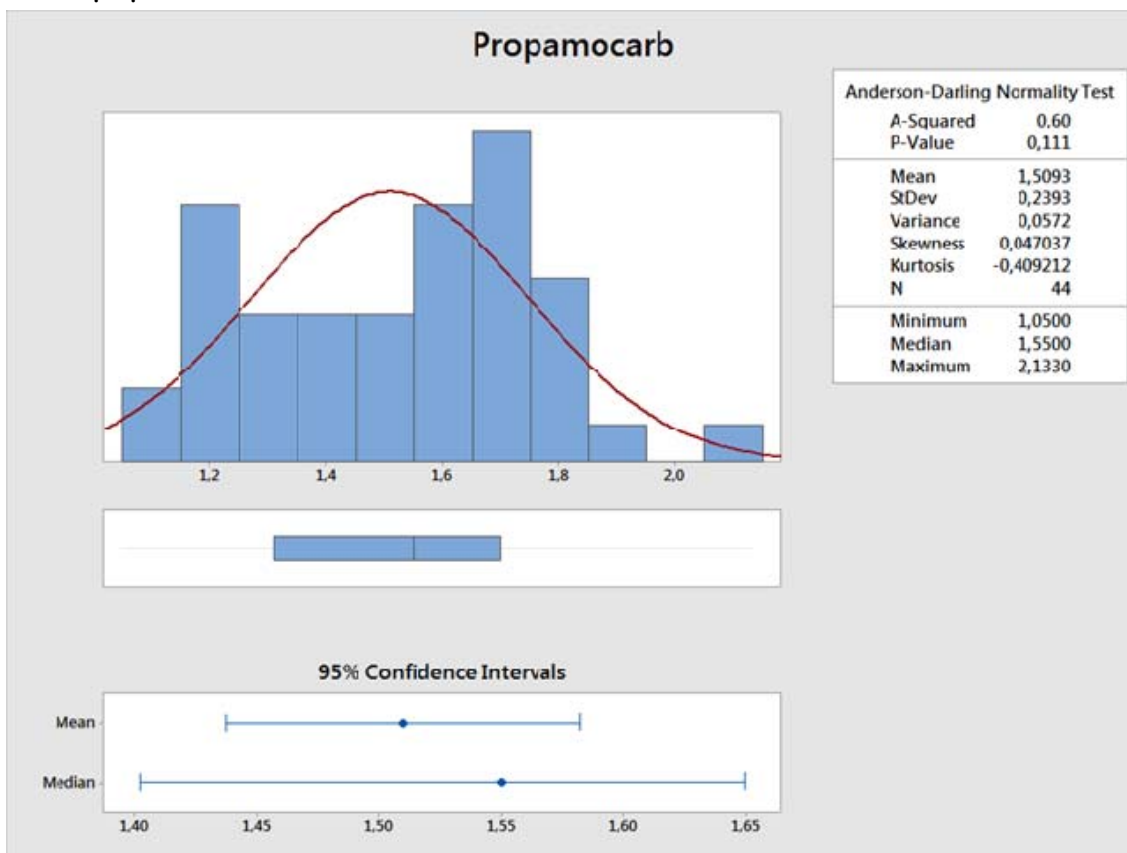


Grafico18: propamocarb

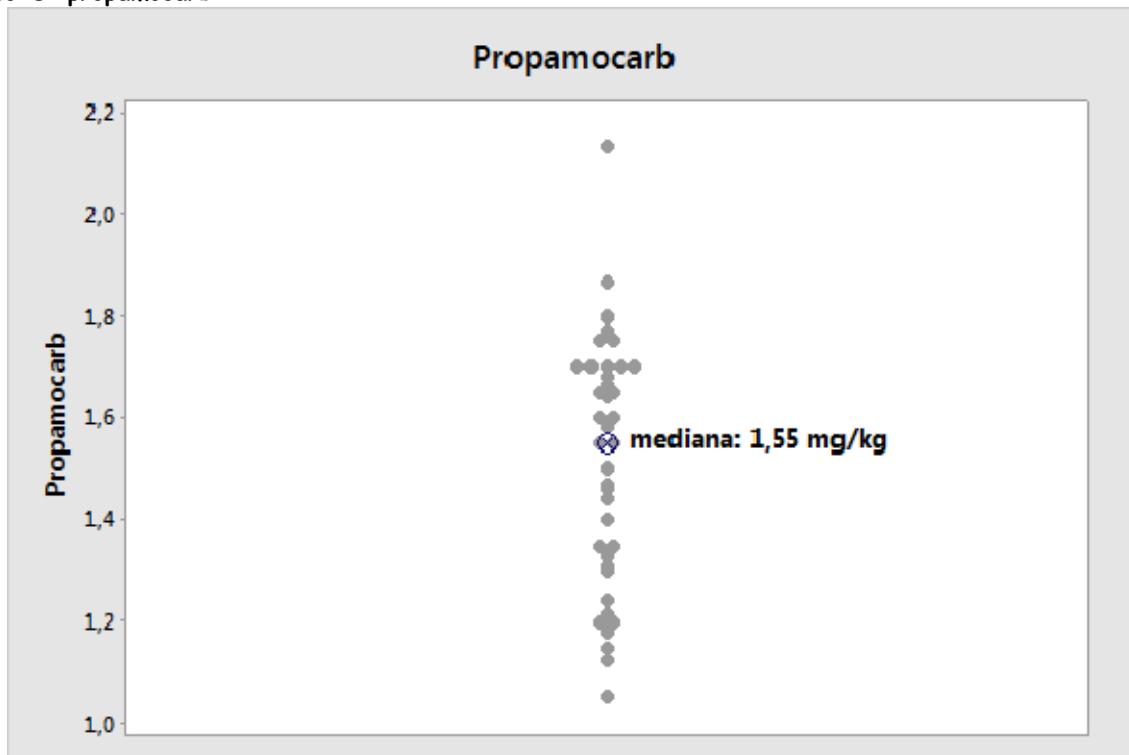


Grafico 19: propamocarb- z-score

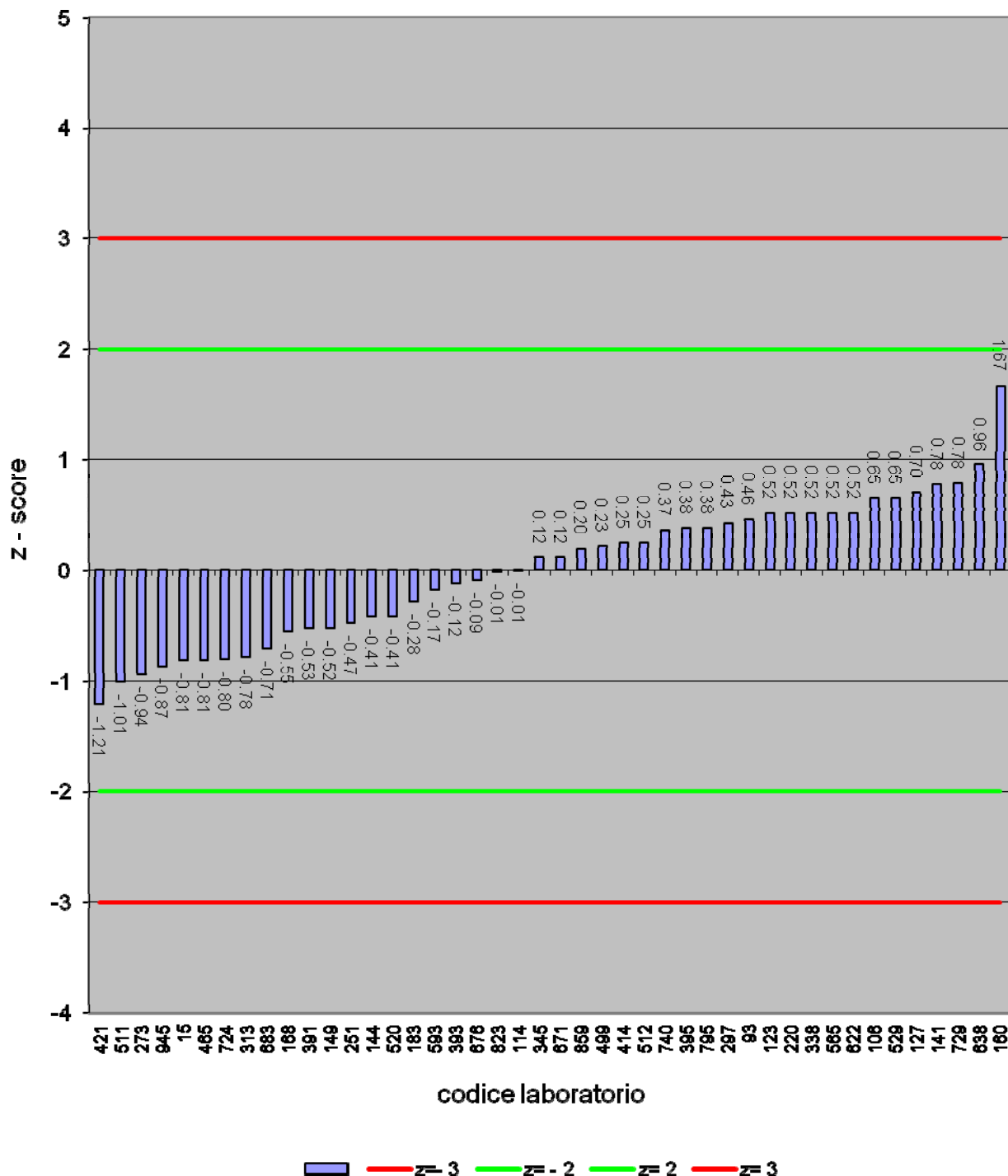


Tabella 18: risultatitebuconazolo

codice laboratorio	tebuconazolo
15	NR
93	0.08
106	0.058
114	0.0848
123	0.08
127	0.1
141	0.076
144	0.0806
149	0.072
160	0.082
168	0.072
183	0.07
207	0.095
220	0.076
251	0.073
273	0.1
297	0.065
313	0.066
338	0.1
345	0.085
391	0.077
393	0.073
395	0.075
414	0.07
421	NR
465	0.062
499	0.069
511	0.043
512	0.08
520	0.088
529	0.069
565	0.0835
593	0.074
622	0.078
638	0.075
671	0.077
676	0.0730
683	0.054
703	ND
724	0.064
729	0.07
740	0.067
795	0.079
823	0.083
859	0.078
896	0.081
945	0.071

Grafico 20: tebuconazolo

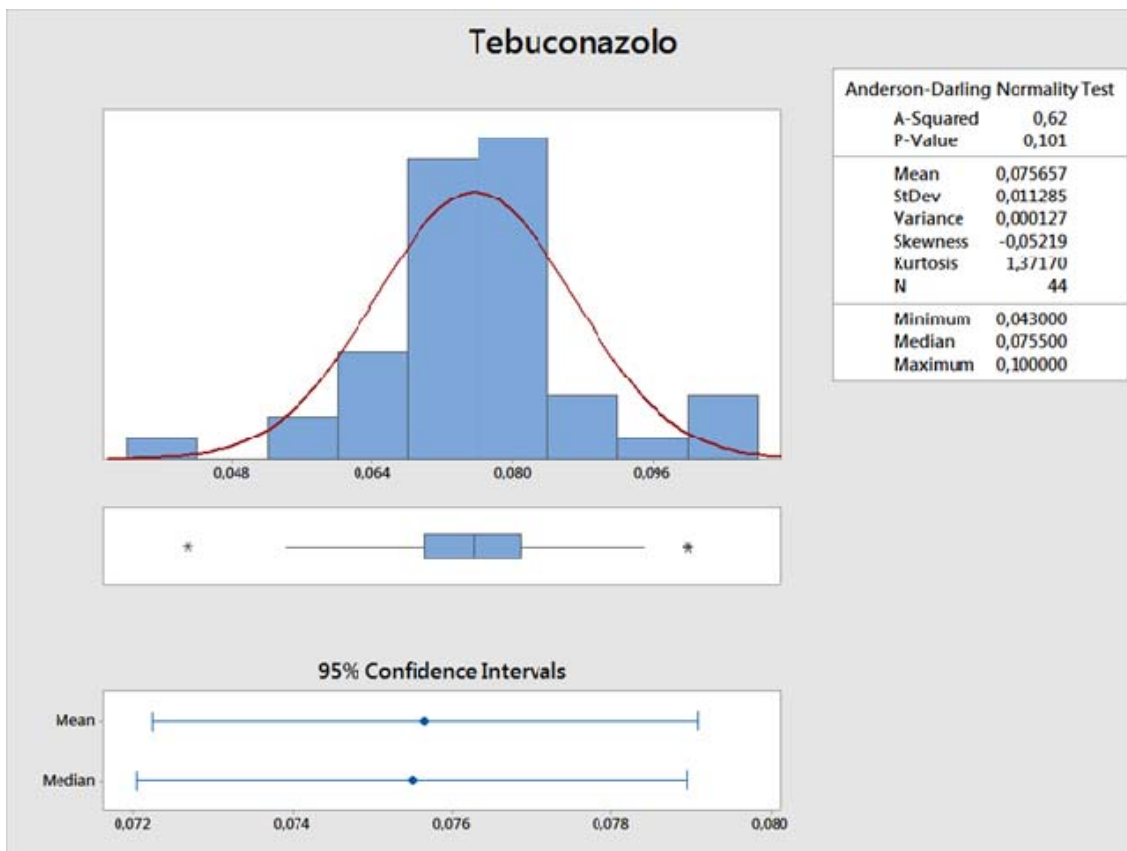


Grafico 21: tebuconazolo

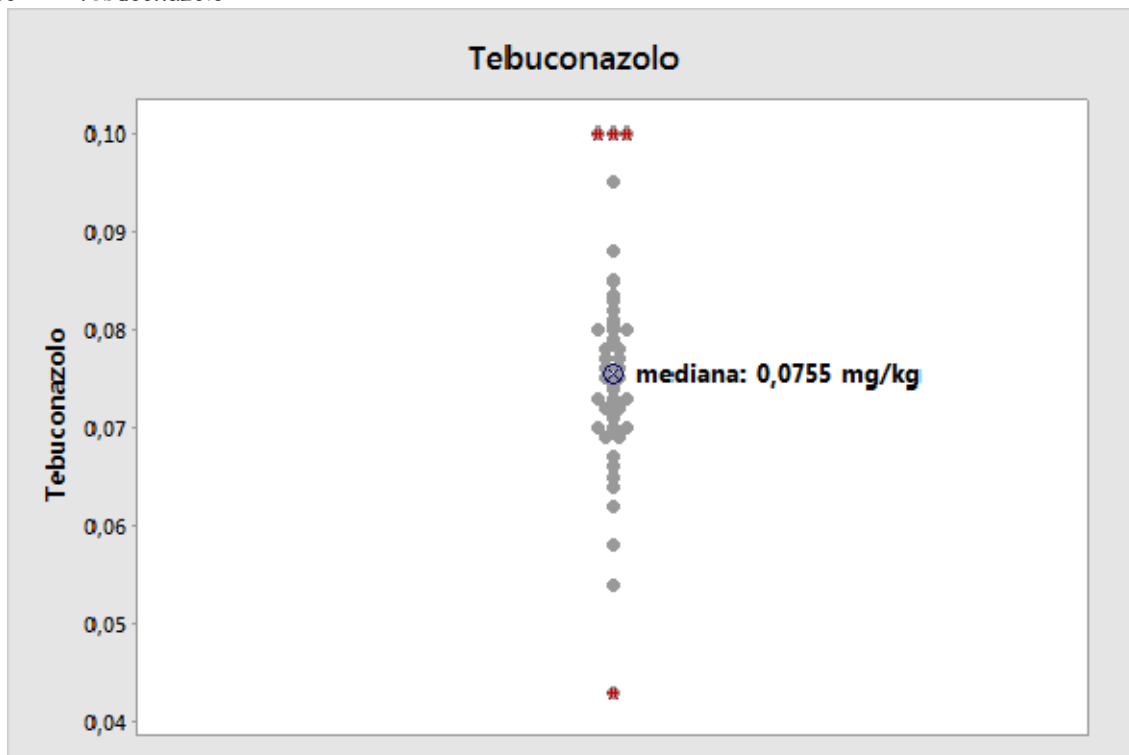
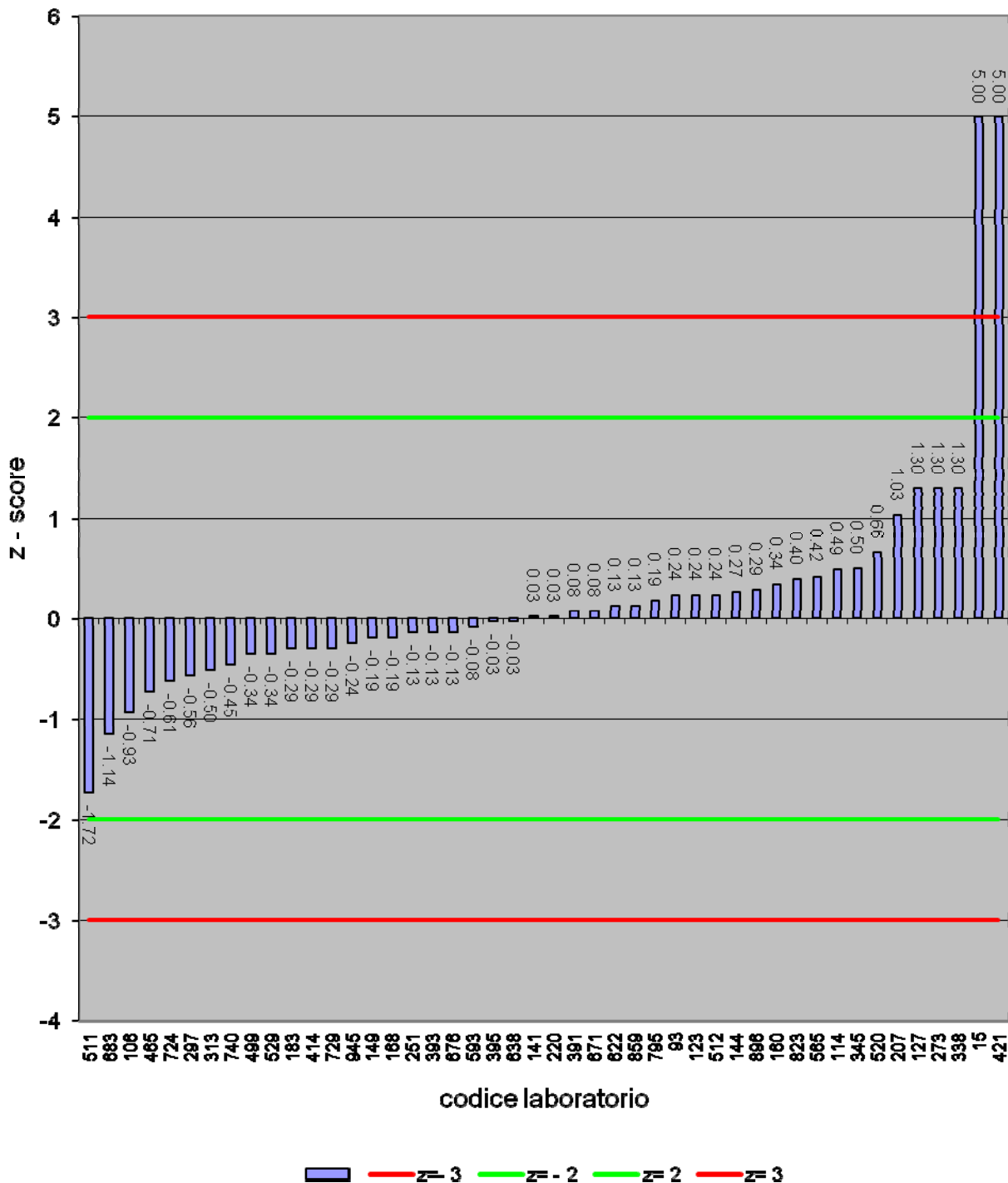


Grafico 22: tebuconazolo- z-score



Dall'analisi delle frequenze dei risultati per ogni sostanza attiva si assume che le distribuzioni siano unimodali.

Di seguito sono riportate: Tabella 19: rappresentazione risultati attraverso z-score, consente una valutazione per sostanza attiva, Tabella 20: riassunto giudizi, consente una valutazione complessiva sull'intero test, Tabella 21: AZ2 tiene in considerazione il numero dei parametri riscontrati nel test e delle sostanze attive non addizionate.

Tabella 19: rappresentazione risultati attraverso z-score

Sostanze attive	Tot s.a. analizzati	Soddisfacente		Discutibile		Non Soddisfacente	
		$ z \leq 2$ n°	%	$2 < z \leq 3$ n°	%	$ z > 3$ n°	%
dimetoato	47	47	100	0	0	0	0
indoxacarb	45	43	96	1	2	1	2
metossifenozone	43	41	95	1	2	1	2
oxamil	44	44	100	0	0	0	0
propamocarb	44	44	100	0	0	0	0
tebuconazolo	46	44	96	0	0	2	4

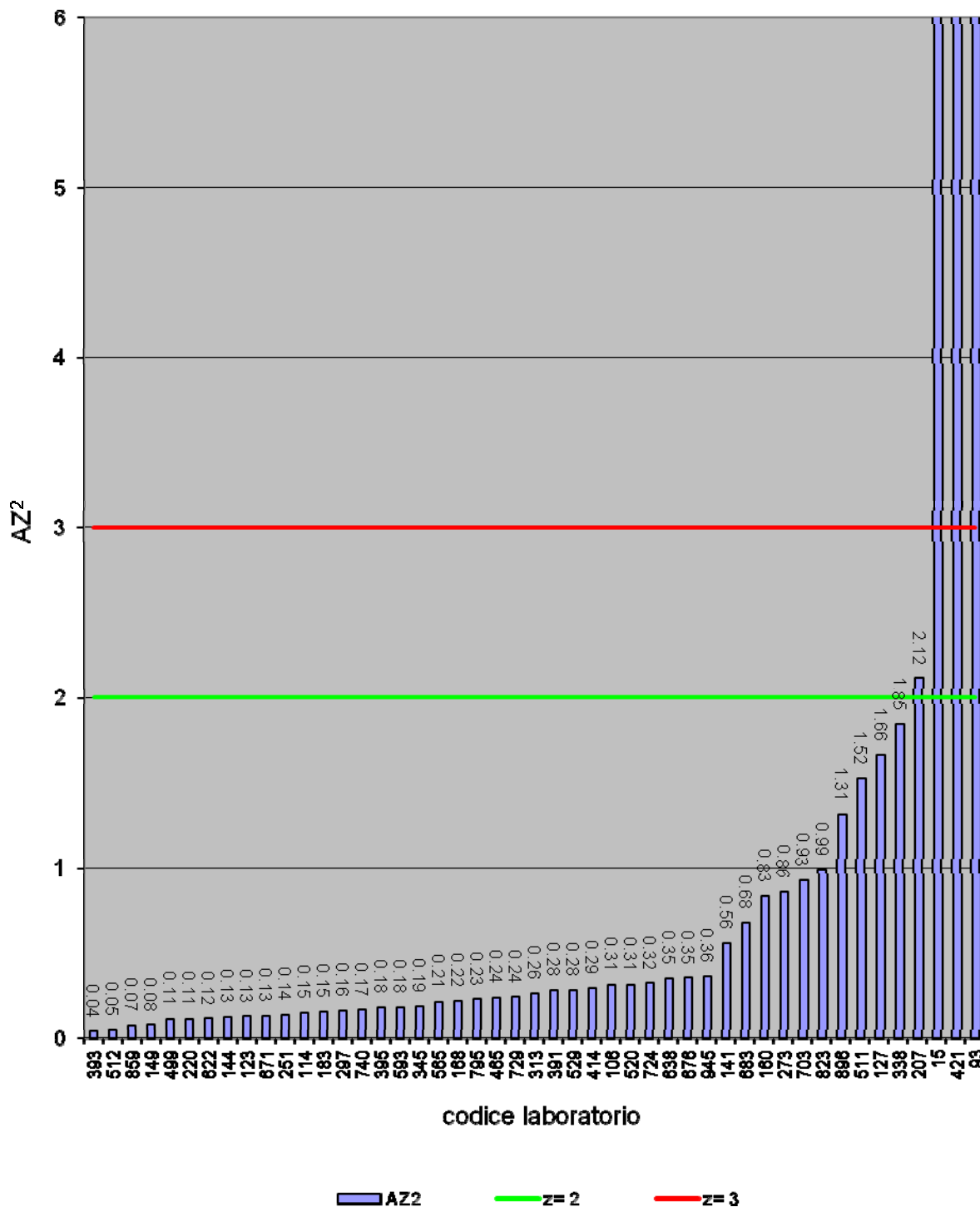
Tabella 20: riassunto giudizi

<i>Riassunto dei giudizi</i>	<i>AZ²</i>	
	n° lab	% lab
Soddisfacente	43	91.49
Discutibile	1	2.13
Non soddisfacente	3	6.38
<i>Totale laboratori</i>	47	100.0

Tabella 21: AZ²

Laboratorio	m	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo	AZ ²	Valutazione
15	6	-0.183	0.241	-0.286	-0.728	-0.812	5	7.338	Non Soddisf
93	6	-0.341	6.624	5.063	-0.42	0.464	0.238	11.68	Non Soddisf
106	6	-0.024	0.416	-0.33	-0.543	0.65	-0.926	0.31	Soddisf
114	6	0.698	0.264	-0.118	0.259	-0.005	0.492	0.147	Soddisf
123	6	-0.341	0.12	0.227	0.506	0.517	0.238	0.127	Soddisf
127	6	0.77	1.686	1.527	1.432	0.703	1.296	1.665	Soddisf
141	6	1.087	0.662	0.793	0.691	0.778	0.026	0.555	Soddisf
144	6	0.127	0.096	-0.675	0.167	-0.413	0.27	0.125	Soddisf
149	6	-0.024	0.06	-0.153	-0.358	-0.519	-0.185	0.077	Soddisf
160	6	0.929	-0.482	0.992	0.136	1.668	0.344	0.833	Soddisf
168	6	0.294	0.494	-0.189	-0.79	-0.546	-0.185	0.22	Soddisf
183	6	-0.183	-0.771	-0.317	-0.173	-0.28	-0.291	0.154	Soddisf
207	4	-1.214	-1.789		-1.654		1.032	2.119	Discut
220	6	-0.183	-0.542	-0.242	0.136	0.517	0.026	0.112	Soddisf
251	6	-0.103	0.145	-0.33	-0.667	-0.471	-0.132	0.137	Soddisf
273	6	1.563	-0.361	-0.021	0.012	-0.944	1.296	0.857	Soddisf
297	6	-0.103	-0.313	-0.224	0.568	0.427	-0.556	0.162	Soddisf
313	6	0.452	-0.494	-0.503	-0.111	-0.78	-0.503	0.263	Soddisf
338	6	-0.738	-2.794	0.863	-0.173	0.517	1.296	1.845	Soddisf
345	6	0.373	0.783	0.2	0.259	0.119	0.503	0.188	Soddisf
391	6	0.611	0.271	-0.538	0.815	-0.525	0.079	0.28	Soddisf
393	6	0.452	0.06	0.023	-0.049	-0.121	-0.132	0.04	Soddisf
395	6	0.214	0.361	0.863	0.012	0.384	-0.026	0.178	Soddisf
414	6	-0.341	-0.331	-0.33	1.123	0.251	-0.291	0.291	Soddisf
421	5	-0.103	-1.867		-0.667	-1.21	5	9.234	Non Soddisf
465	6	-0.024	-0.482	-0.153	0.012	-0.812	-0.714	0.238	Soddisf
499	5	0.373	0.422		0.259	0.225	-0.344	0.111	Soddisf
511	5	-1.611		-0.463	-0.914	-1.011	-1.72	1.525	Soddisf
512	6	-0.341	-0.06	0.156	0.136	0.251	0.238	0.047	Soddisf
520	6	-0.579	0.626	-0.282	-0.667	-0.413	0.661	0.31	Soddisf
529	6	0.373	-0.361	-0.021	0.938	0.65	-0.344	0.282	Soddisf
565	6	0.119	0.403	0.466	0.667	0.517	0.423	0.214	Soddisf
593	6	-0.262	-0.193	-0.547	-0.79	-0.174	-0.079	0.178	Soddisf
622	6	-0.024	-0.602	-0.153	0.136	0.517	0.132	0.115	Soddisf
638	6	0.135	-0.283	0.969	0.383	0.958	-0.026	0.35	Soddisf
671	6	-0.103	0.253	-0.109	0.815	0.119	0.079	0.129	Soddisf
676	5	-0.897	0.181	-0.949		-0.094	-0.132	0.353	Soddisf
683	6	-0.183	-1.295	-0.719	-0.173	-0.705	-1.138	0.675	Soddisf
703	2	-1.294	-0.422					0.926	Soddisf
724	6	-0.024	0.181	-0.728	-0.605	-0.796	-0.608	0.322	Soddisf
729	6	-0.024	-0.241	-0.772	-0.296	0.783	-0.291	0.24	Soddisf
740	6	-0.421	-0.662	-0.198	0.012	0.368	-0.45	0.165	Soddisf
795	6	0.056	0.723	0.421	0.691	0.384	0.185	0.227	Soddisf
823	6	0.452	0.843	2.19	0.259	-0.014	0.397	0.989	Soddisf
859	6	-0.183	0.548	0.13	0.198	0.198	0.132	0.074	Soddisf
896	3	0.849		1.77			0.291	1.313	Soddisf
945	6	-0.5	0.241	-0.463	-0.914	-0.865	-0.238	0.36	Soddisf

Grafico 23: AZ2



16. Errori Quali-Quantitativi

Tabella 22: Falsi positivi

Codice laboratorio	Principio attivo	concentrazione
15	Tetraconazolo	0.066 mg/kg
421	Tebufenozide	0.04 mg/kg

17. Confronto con altri test

La matrice "spinaci" è stata impiegata in altri precedenti test.

Tabella 23: performance per test con uguale matrice

codice test	matrice	lab. partecipanti	Lab con SSZ e AZ ² soddisf.	
		n°		
1S18	spinaci	44	42	95.5
1S20	spinaci	47	43	91.5

Si riscontrano sostanze attive uguali a quelle impiegate nella prima sessione del 2020 nei seguenti test:

Tabella 24: confronto parametri comuni

Codice Test	Matrice	Parametri					
1997-1TF	mele						tebuconazolo
1997-4TF	arance	dimetoato					
3S00	mele						tebuconazolo
3S01	uva	dimetoato					
3S02	albicocche						tebuconazolo
2S03/2	pomodori		indoxacarb				
2S03/3	pomodori		indoxacarb				
2S07	pesche	dimetoato					
1S08	pere	dimetoato					
2S09	prugne		indoxacarb				
2S10	pesche			metossifenozone			
1S14	cocomeri				oxamil		
2S14	actinidie	dimetoato					
3S14	prugne						tebuconazolo
1S16	zucchini				oxamil		
1S20	spinaci	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tebuconazolo

Di seguito i confronti fra risultati conseguiti nel passato, relativamente ai parametri oggetto del test e già utilizzati nella stessa matrice o in matrici differenti:

Tabella 25: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati

Codice Test	Parametri					
	dimetoato	indoxacarb	metossifenozone	oxamil	propamocarb	tenuconazolo
1997-1TF						69
1997-4TF	78					
3S00						94
3S01	84					
3S02						82
2S03/2		100				
2S03/3		100				
2S07	82					
1S08	92					
2S09		91				
2S10			100			
1S14				98		
2S14	100					
3S14						96
1S16				100		
1S20	100	96	95	100	100	96

Tabella 26: dettaglio risultati SSZ e AZ²

codice test	matrice	Lab. partecipanti	Lab con SSZ o AZ ² soddisf.	
		n°	n°	%
1TF-1997	mela	15	13	87
2TF-1997	fragola	21	18	86
3TF-1997	pesca	21	18	86
4TF-1997	arancia	22	19	86
1TF-1998	actinidia	28	21	75
2TF-1998	pomodoro	32	17	53
3TF-1998	pere	30	21	70
1TF-1999	actinidia	31	16	52
2TF-1999	zucchino	28	22	79
3TF-1999	pere	36	17	47
1TF-2000	pomodoro	42	33	79
2TF-2000	fragola	41	22	54
3TF-2000	mela	41	31	76
1TF-2001	actinidia	48	35	73
2TF-2001	fragola	47	31	66
3TF-2001	uva	51	35	69
1TF-2002	mela	59	36	61
2TF-2002	fragola	56	39	70
3TF-2002	albicocca (*)	56	41	73
1S03	actinidia	57	39	68
2S03 tipo 1	pomodoro (**)	19	7	47
2S03 tipo 2	pomodoro	21	11	69
2S03 tipo 3	pomodoro	19	11	69
3S03	pere	45	36	90
1S04	mela (***)	53	37	70
2S04	pere (i)	51	34	71
1S05	actinidia	49	33	72
2S05	fragola(ii)	56	40	73
3S05	albicocca(iii)	57	39	70
1S06	pere (iv)	52	33	63
2S06	pesca (v)	54	44	90
1S07	actinidia (vi)	54	37	71
2S07	pesca(vii)	59	41	73
1S08	pere	53	43	81
2S08	pomodoro (viii)	55	39	74
1S09	actinidia	53	44	86
2S09	prugne (ix)	53	43	83
1S10	actinidia (x)	53	36	77
2S10	pesche	53	45	87
1S11	pere	51	37	76
2S11	pesche	51	37	76
1S12	actinidia	52	45	87
2S12	pesche	54	45	85
1S13	actinidia	48	45	94
2S13	mele	50	45	96
3S13	pesche (xi)	49	43	90
1S14	cocomeri	48	43	92
2S14	actinidia	48	45	94
3S14	prugne	50	44	88
1S15	actinidia (xii)	51	46	92
2S15	actinidia	47	44	98
3S15	pomodoro	53	46	87
1S16	zucchino (xiii)	49	37	90
2S16	carote(xiv)	49	46	94
3S16	pere(xv)	47	42	93
1S17	mele	46	41	89
2S17	mele	41	38	93
3S17	cocomeri	50	45	90
1S18	spinaci	45	42	96
2S18	zucche	46	40	90
3S18	piselli senza baccello	49	42	86
1S19	zucche	46	42	95
2S19	zucchine	48	43	92
3S19	pomodori(xvi)	49	48	98
1S20	spinaci	47	43	92

(*) : con l'esclusione dei parametri deltametrina e dimetomorf

(**): con l'esclusione del parametro indoxacarb

(***): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. fluazinam

(i): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per le s.a. propargite e fenpropidin

(ii): con l'esclusione degli z-score superiori a 2 per le s.a. bromopropilato e fenazaquin

(iii): con l'esclusione del parametro folpet e dei laboratori con z-score superiore a 2 per le s.a. teflutrin ed exitiazox

(iv): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per le s.a. azoxistrobin e famoxadone

(v): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per le s.a. clortaloni, fenazaquin, prifenox, triadimenol, triflumuron

(vi): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. tolilfluamide

(vii): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. buprofezin

(viii): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. etofenprox

(ix): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. diazinone

(x): con l'esclusione del parametro cipermetrina

(xi): con l'esclusione del parametro clofentezina

(xii): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. fenitrozin

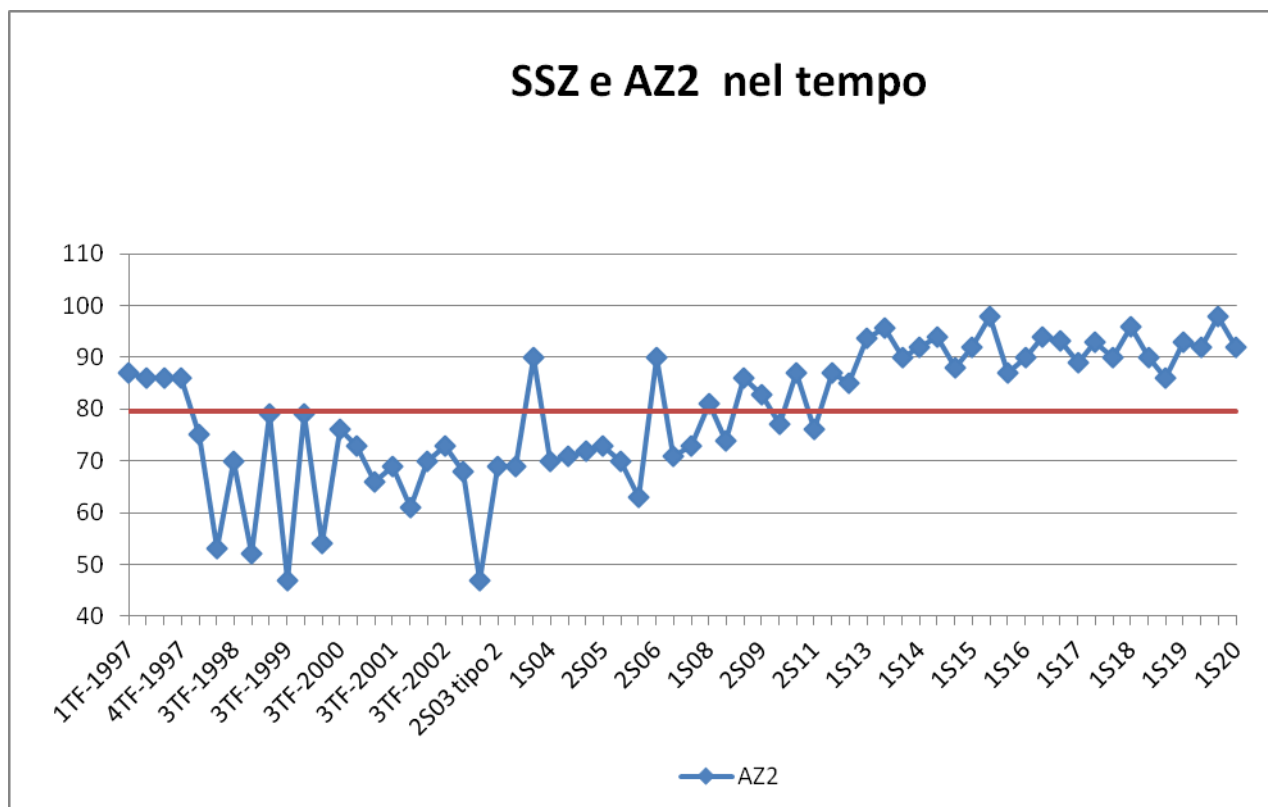
(xiii): con l'esclusione dei parametri fenamifos e tolilfluamide

(xiv): con l'esclusione del parametro pimetrozina

(xv): con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. carbaril

(xvi): con l'esclusione del parametro dimetomorf

Grafico 24: risultati nel tempo SSZ e AZ²



Il grafico mostra l'andamento nel tempo dei risultati complessivamente soddisfacenti per sessione. Fino al 2016 tale andamento e' riassunto in termini di SSZ:

$$SSZ = \sum z^2$$

dove:

$\sum z^2$ = è la somma dei quadrati degli z -score

Dal 2017 l'andamento e' riportato in termini di AZ².

18. Statistica

Errori qualitativi - falsi negativi-falsi positivi

Una sostanza attiva presente nel test, analizzata e non rilevata, a cui corrisponde un Limite di Quantificazione del partecipante minore del valore assegnato, viene considerata NR (Non Rilevata) e corrisponde ad uno z-score pari a 5.

Una sostanza attiva presente nel test, analizzata e non rilevata a cui corrisponde un LOQ maggiore del valore assegnato viene considerata ND (Non Determinata) e non corrisponde ad alcun z-score.

Una sostanza attiva presente nel test e non analizzata viene considerata ND e non corrisponde ad alcun z-score.

Una sostanza attiva non presente nel test, ma rilevata, comporta un errore per cui verrà attribuito al laboratorio uno z-score pari a 5.

Verifica omogeneità e stabilità

Il controllo dell'omogeneità e della stabilità dei campioni viene attuato in accordo alle indicazioni della norma ISO 13528:2015: *"Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons"*.

Omogeneità:

Il criterio di accettabilità affinché i campioni del PT siano sufficientemente omogenei è che la varianza fra i campioni non sia maggiore della varianza all'interno del singolo campione.

Per cui:

$$S_s \leq 0.3\sigma_{om}$$

con:

S_s = scarto tipo fra i campioni, calcolato come descritto al p.to B.3 13528:2015

σ_{om} = 0,3 x FFP-RSD (fit for purpose relative standard deviation) FFP-RSD = 0,15 x valore medio dell'omogeneità di ogni sostanza attiva presente nel PT

0.3 = vedi Nota 1 paragrafo B.2.2 13528:2015

La verifica della relazione (1) attesta che la varianza fra tutte le aliquote degli oggetti (campioni test) non è più alta della varianza all'interno delle singole aliquote dei medesimi. In questo caso la popolazione, costituita dalla totalità degli oggetti, risulta sufficientemente omogenea.

Stabilità:

La valutazione statistica è condotta in accordo al documento ISO 13528:2015, Annex B.

Giorno 1: al momento della spedizione degli oggetti (campioni)

Giorno 2: 48 ore dopo la spedizione degli oggetti e con l'aliquota mantenuta a temperatura refrigerata.

Giorno 3: al momento del ricevimento dell'ultimo report di risultati dai partecipanti; l'aliquota mantenuta congelata.

Una sostanza attiva può essere considerata adeguatamente stabile se:

$$|x_i - y_i| \leq 0.3\sigma_{PT}$$

dove

x_i = il valore medio del primo test di stabilità.

y_i = il valore medio dell'ultimo test di stabilità.

σ_{PT} = deviazione standard usata nella valutazione del PT pari al 25% del valore assegnato

0,3: valore ricavato dall'Annex E.2 della ISO 13528:2015.

Valore assegnato

Come stabilito al punto D.1.3.1 dell'Annex D della ISO 13528:2015, per procedere alla valutazione statistica occorre un numero di misure non inferiore a 12 ($n > 12$). Nel caso non si disponga di un numero sufficiente di dati verrà eseguita la valutazione statistica, specificando nel report finale che tali parametri non saranno oggetto di valutazione delle prestazioni.

Data la tipologia di oggetti da valutare, è ritenuto adeguato l'approccio statistico dell' "Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2015

Alla popolazione di dati dei partecipanti ottenuta per ogni sostanza attiva presente nel PT si applicano le seguenti regole:

- eliminazione dei valori anomali grossolani ovvi, come: unità di misura scorrette o utilizzo errato dei decimali;
- valutazione della distribuzione simmetrica con MINITAB 17;
- calcolo del valore assegnato utilizzando la statistica robusta, come descritto nell'Annex C della ISO13528:2015, attraverso l'algoritmo A, corrispondente alla media robusta;
- calcolo della deviazione standard "fit for purpose" corrispondente al 25% della media robusta, così come riportato nell'articolo del *"Journal of Agricultural and Food Chemistry"*, 2011, 59(14), 7609-7619.

Valutazione delle performances

A corredo del valore assegnato viene calcolata l'incertezza associata utilizzando la formula riportata al punto 7.7.3 della ISO 13528:2015.

$$u_{(x_{PT})} = 1.25 \times \frac{S^*}{\sqrt{n}}$$

dove:

$u_{(x_{PT})}$: rappresenta l'incertezza associata al valore assegnato per ogni analita

S^* : rappresenta la deviazione standard robusta, calcolata secondo quanto riportato nell'Annex C della norma ISO 13528:2015.

n : rappresenta il numero di misure.

Il calcolo della deviazione standard "fit for purpose" corrisponde al 25% della media robusta per i PT Fitofarmaci, così come riportato nell'articolo del "Journal of Agricultural and Food Chemistry", 2011, 59 (14), 7609-7619, e del 12% della media robusta per i PT Nitrati in base ad una valutazione dei passati PT

Per la valutazione delle prestazioni dei partecipanti viene calcolato il parametro z-score attraverso la relazione matematica:

$$z = \frac{X_i - X_{PT}}{\sigma_{PT}}$$

dove:

$X_{(i)}$: rappresenta il valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva

$X_{(pt)}$: rappresenta il valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT

$\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse

Qualora si riscontrasse che:

$$u_{(x_{PT})} > 0.3\sigma_{PT}$$

dove:

$\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse

viene calcolato il parametro z' score come descritto al punto 9.5.1 della norma ISO 13528:2015 inserendo al denominatore il contributo dell'incertezza $u(x_{pt})$:

$$z' = \frac{X_i - X_{PT}}{\sqrt{\sigma_{PT}^2 + u_{(x_{PT})}^2}}$$

dove:

$X_{(i)}$: rappresenta il valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva

$X_{(pt)}$: rappresenta il valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT

$\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse

$u_{(x_{pt})}$: l'incertezza associata al valore assegnato per ogni analita

z-score e z' -score vengono interpretati come segue:

$ z \leq 2$	soddisfacente
$2 < z < 3$	discutibile
$ z \geq 3$	insoddisfacente

Combinazione z-score

Avviene con AZ^2

$$AZ^2 = \frac{\sum_{i=1}^n Z_i^2}{n}$$

AZ^2 viene interpretato come segue:

$ AZ^2 \leq 2$	soddisfacente
$2 < AZ^2 < 3$	discutibile
$ AZ^2 \geq 3$	insoddisfacente

Definizioni

Media (M_{ARPAE}): media aritmetica di una serie di n valori (x_i) e viene calcolata sommando tutti i dati ottenuti e dividendo per il numero (n) degli stessi.

$$M = \frac{\sum X_i}{n}$$

Mediana ($m_{arpae, mLab}$): Mediana dei dati ottenuti dall'organizzatore o dai partecipanti, per ciascuna sostanza attiva. Serie di n dati ordinati x_1, x_2, \dots, x_n , il valore centrale, cioè il valore che occupa il posto $n+1/2$ della serie se n è dispari, $n/2$ ed $n/2+1$ se $n+1/2$ è pari.

Valore minimo (vm_{ARPAE}, vm_{Lab}): numero più piccolo ottenuto da SSLM in sede valutazione dell'omogeneità, o dai dati dei partecipanti.

Valore Massimo (VM_{ARPAE}, VM_{Lab}): numero più grande ottenuto da SSLM in sede valutazione dell'omogeneità, o dai dati dei partecipanti.

gdl: gradi di libertà

Scarto: differenza fra ciascun risultato del laboratorio ed il valore vero assegnato.

Deviazione standard (ds_{ARPAE}, ds_{Lab}): deviazione standard dei dati di omogeneità dell'organizzatore, o dei dati dei partecipanti, misura della dispersione di una serie di osservazioni. Si calcola dalla seguente relazione:

$$ds = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

Deviazione standard media (S.m.): deviazione standard diviso la radice quadrata delle n misure.

$M_{robusta}$: calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell' "Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2015

$ds_{robusta}$: calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell' "Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2015

σ : deviazione standard calcolata pari al 25% della media robusta.

Varianza (V): quadrato della deviazione standard.

Giustezza (Giu): grado di concordanza tra il valore medio e l'incremento teorico ($M_{robusta} - it$)

Anderson Darling A²: Il test di Anderson-Darling può essere applicato a qualsiasi distribuzione. Di seguito sono riportate tabelle utili alla valutazione della distribuzione normale.

Tabella 3: Valori di riferimento Anderson Darling

A ²	0.631	0.752	0.873	1.035
p-Value	0.1	0.05	0.025	0.01

Per le distribuzioni normali e logonormali, la statistica di prova A2 viene calcolata da

Definizione operativa della statistica test di Anderson-Darling:

$$A^2 = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [(2i-1) \ln[F(x_i, \theta)] + (2n+1-2i) \ln[1-F(x_i, \theta)]]$$

Lunghezza campione
Valore della distribuzione teorica calcolato in corrispondenza dell' i-esimo valore campionario
Indice del campione ordinato

dove:

n rappresenta la dimensione del campione;

F(x) rappresenta una funzione di ripartizione che restituisce la probabilità cumulativa associata alla funzione.

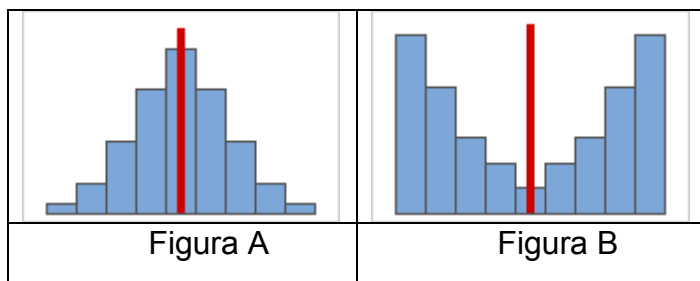
i rappresenta l'iesimo campione

<http://www.statisticshowto.com/anderson-darling-test/>

P-Value: il p-value è un parametro in grado di discriminare fra l'ipotesi di distribuzione normale e l'ipotesi di distribuzione non normale. Se il p-value è >0.05 si accetta l'ipotesi di distribuzione normale. Se il p-value è <0.05 si rifiuta l'ipotesi di distribuzione normale, cioè la distribuzione è non normale.

Skewness: L'asimmetria è la misura in cui i dati non sono simmetrici.

Se il valore di skewness è 0, positivo o negativo rivela informazioni sulla forma dei dati.



Fonte: MINITAB 17 (016/FE)

Distribuzioni simmetriche

Quando i dati diventano più simmetrici, il loro valore di asimmetria si avvicina a zero. La figura A mostra i dati normalmente distribuiti, che per definizione presentano una relativamente piccola asimmetria. Tracciando una linea al centro di questo istogramma di dati normali è facile vedere che i due lati si rispecchiano l'un l'altro. Ma la mancanza di asimmetria da sola non implica la normalità. La figura B mostra una distribuzione

in cui i due lati si rispecchiano ancora l'uno con l'altro, sebbene i dati siano lontani dall'essere normalmente distribuiti.

Kurtosis: è una misura dell'allontanamento dalla normalità distributiva, rispetto alla quale si può verificare un maggiore appiattimento, distribuzione platicurtica, o un maggiore allungamento, distribuzione leptocurtica. Il valore dell'indice che corrisponde alla distribuzione gaussiana è "0": un valore minore di 0 indica distribuzione platicurtica, mentre un valore maggiore di 0 indica distribuzione leptocurtica.

La Kurtosis indica come il picco e le code di una distribuzione differiscono dalla distribuzione normale. La Kurtosis può aiutare a capire inizialmente le caratteristiche generali sulla distribuzione dei dati.

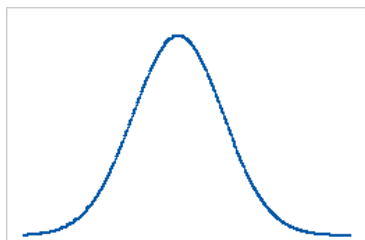


figura A
Linea di base: valore di Kurtosis pari a 0 (figura A)

I dati che seguono una distribuzione normale hanno perfettamente un valore di Kurtosis pari a 0. I dati normalmente distribuiti stabiliscono la linea di base per la Kurtosis. La Kurtosis del campione che devia significativamente da 0 può indicare che i dati non sono distribuiti normalmente.

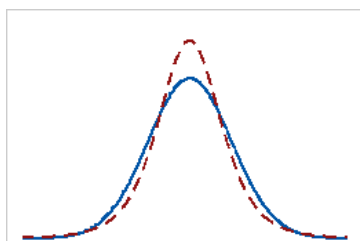


figura B
Kurtosis positiva (figura B)

Una distribuzione con un valore di Kurtosis positiva indica che la distribuzione ha code più pesanti e un picco più acuto rispetto alla distribuzione normale. Ad esempio, i dati che seguono alla distribuzione hanno un valore di Kurtosis positiva. La linea continua mostra la distribuzione normale e la linea tratteggiata mostra una distribuzione con un valore di Kurtosis positiva.

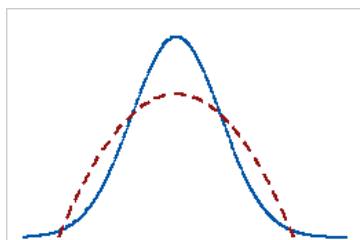


figura C
Kurtosis negativa (figura C)

Una distribuzione con un valore di Kurtosis negativo indica che la distribuzione ha code più chiare e un picco più piatto rispetto alla distribuzione normale. La linea continua mostra la distribuzione normale e la linea tratteggiata mostra una distribuzione con un valore di Kurtosis negativo.

19. Appelli o Reclami

In accordo con il SGQ di Arpae, i partecipanti ai PT hanno la possibilità di presentare appelli o reclami all'ente organizzatore, inviando comunicazione scritta via email all'indirizzo di posta elettronica proficiencytesting@arpae.it; utilizzando il modulo (All. 5 I40901/PT) presente nella pagina dedicata ai Proficiency test del sito di Arpae, di cui si allega copia.

La natura del reclamo è in funzione all'erogazione del servizio: ritardi sulle tempistiche programmate, campioni scongelati o danneggiati.

L'appello può essere presentato dopo l'emissione del report finale. Il partecipante può contestare la valutazione delle proprie prestazioni presentando documentazione oggettiva delle proprie motivazioni.

Una volta ricevuto appello o reclamo Arpae comunica l'avvenuta ricezione al partecipante e ha tempo 30 giorni solari per rispondere via email ed eventualmente emendare il report finale.

20. Oggetti residui

A conclusione di ogni schema di PT gli oggetti eccedenti vengono conservati a temperatura di congelamento controllata secondo quanto riportato nel SGQ di Arpae, per un periodo di 30 giorni solari dalla data di emissione della revisione 0 del report finale. Gli oggetti rimangono a disposizione dei partecipanti che hanno facoltà di richiederne un'ulteriore aliquota qualora volessero utilizzare il materiale per proprie finalità.

Si specifica che la stabilità del materiale è garantita fino alla data della dead line della trasmissione dei risultati comunicata nella email che viene inviata alla consegna dei campioni.

La logistica e gli oneri del solo trasporto degli oggetti sono a carico del partecipante.

21. Riferimenti

- UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 requisiti generali per proficiencytesting
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528: 2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- I50471/FE Linea guida per l'utilizzo del programma MINITAB 17 per elaborazioni previste nella validazione delle procedure o metodi di prova
- Journal of Agricultural and Food Chemistry", 2011, 59(14), 7609-7619.
- MINITAB17

Allegato 4–I40901/PT

Le sostanze attive di nuova introduzione nell'elenco sono riportate in rosso.

sostanza attiva	analizzata	LOQ (mg/kg)	risultato (mg/kg)
2-Fenilfenolo	<input type="checkbox"/>		
Acefate	<input type="checkbox"/>		
Acetamiprid	<input type="checkbox"/>		
Acrinatrina	<input type="checkbox"/>		
Alaclor	<input type="checkbox"/>		
Aldicarb	<input type="checkbox"/>		
Ametocradin	<input type="checkbox"/>		
Azinfos metile	<input type="checkbox"/>		
Azoxistrobin	<input type="checkbox"/>		
Benalaxil (somma di isomeri)	<input type="checkbox"/>		
Benfluralin	<input type="checkbox"/>		
Bifenile	<input type="checkbox"/>		
Bifentrin	<input type="checkbox"/>		
Boscalid	<input type="checkbox"/>		
Bromopropilato	<input type="checkbox"/>		
Bromuconazolo	<input type="checkbox"/>		
Bupirimate	<input type="checkbox"/>		
Buprofezin	<input type="checkbox"/>		
Cadusafos	<input type="checkbox"/>		
Carbaril	<input type="checkbox"/>		
Carbendazim e benomil (somma di benomil e carbendazim espressa in carbendazim)	<input type="checkbox"/>		
Ciazofamid	<input type="checkbox"/>		
Ciflutrin (somma degli isomeri)	<input type="checkbox"/>		
Cimoxanil	<input type="checkbox"/>		
Cipermetrina (somma degli isomeri)	<input type="checkbox"/>		
Ciproconazolo	<input type="checkbox"/>		
Ciprodinil	<input type="checkbox"/>		
Clofentezine	<input type="checkbox"/>		
Clomazone	<input type="checkbox"/>		
Clorfenapir	<input type="checkbox"/>		
Clorfenvinfos	<input type="checkbox"/>		
Clorpirifos E	<input type="checkbox"/>		
Clorpirifos M	<input type="checkbox"/>		
Clorprofam	<input type="checkbox"/>		

Clortalonil	<input type="checkbox"/>		
Clotianidin	<input type="checkbox"/>		
Deltametrina	<input type="checkbox"/>		
Demeton-S-metilsulfone	<input type="checkbox"/>		
Diazinone	<input type="checkbox"/>		
Dicloran	<input type="checkbox"/>		
Diclorvos	<input type="checkbox"/>		
Dicofol	<input type="checkbox"/>		
Dicrotofos	<input type="checkbox"/>		
Dietofencarb	<input type="checkbox"/>		
Difenilammina	<input type="checkbox"/>		
Difenoconazolo	<input type="checkbox"/>		
Diflubenzuron	<input type="checkbox"/>		
Dimetoato	<input type="checkbox"/>		
Dimetomorf	<input type="checkbox"/>		
Diniconazolo	<input type="checkbox"/>		
Disulfoton controllare	<input type="checkbox"/>		
DMST	<input type="checkbox"/>		
Endosulfan alfa	<input type="checkbox"/>		
Endosulfan beta	<input type="checkbox"/>		
Endosulfan solfato	<input type="checkbox"/>		
EPN	<input type="checkbox"/>		
Epossiconazolo	<input type="checkbox"/>		
Esaconazolo	<input type="checkbox"/>		
Esaflumuron	<input type="checkbox"/>		
Etiofencarb	<input type="checkbox"/>		
Etion	<input type="checkbox"/>		
Etirimol	<input type="checkbox"/>		
Etiofenprox	<input type="checkbox"/>		
Etoprofos	<input type="checkbox"/>		
Etossazolo	<input type="checkbox"/>		
Famoxadone	<input type="checkbox"/>		
Fenamidone	<input type="checkbox"/>		
Fenarimol	<input type="checkbox"/>		
Fenazaquin	<input type="checkbox"/>		
Fenbuconazolo	<input type="checkbox"/>		
Fenexamide	<input type="checkbox"/>		
Fenitrotion	<input type="checkbox"/>		
Fenoxicarb	<input type="checkbox"/>		
Fenpirossimato	<input type="checkbox"/>		
Fenpropatrin	<input type="checkbox"/>		
Fenpropidin	<input type="checkbox"/>		
Fenpropimorf	<input type="checkbox"/>		
Fention	<input type="checkbox"/>		
Fentoato	<input type="checkbox"/>		
Fenvalerate e esfenvalerate (somma degli isomeri RS, SR, RR e SS)	<input type="checkbox"/>		

Fipronil	<input type="checkbox"/>		
Fluazifop-P	<input type="checkbox"/>		
Fluazinam	<input type="checkbox"/>		
Fludioxonil	<input type="checkbox"/>		
Flufenoxuron	<input type="checkbox"/>		
Fluopiram	<input type="checkbox"/>		
Fluquinconazolo	<input type="checkbox"/>		
Flusilazolo	<input type="checkbox"/>		
Flutolanil	<input type="checkbox"/>		
Flutriafol	<input type="checkbox"/>		
Fluvalinate	<input type="checkbox"/>		
Formetanato	<input type="checkbox"/>		
Formotion	<input type="checkbox"/>		
Fosalone	<input type="checkbox"/>		
Fosmet	<input type="checkbox"/>		
Fostiazato	<input type="checkbox"/>		
Foxim	<input type="checkbox"/>		
Exitiazox	<input type="checkbox"/>		
Imazalil	<input type="checkbox"/>		
Imidacloprid	<input type="checkbox"/>		
Indoxacarb	<input type="checkbox"/>		
Iprodione	<input type="checkbox"/>		
Iprovalicarb	<input type="checkbox"/>		
Isocarbofos	<input type="checkbox"/>		
Isoprocarb	<input type="checkbox"/>		
Isofenfos metile	<input type="checkbox"/>		
Isoprotiolano	<input type="checkbox"/>		
Kresoxim metile	<input type="checkbox"/>		
Lambdacialotrina	<input type="checkbox"/>		
Linuron	<input type="checkbox"/>		
Lufenuron	<input type="checkbox"/>		
Malation	<input type="checkbox"/>		
Malaixon	<input type="checkbox"/>		
Mandipropamide	<input type="checkbox"/>		
Mepanipirim	<input type="checkbox"/>		
Metaflumizone (somma degli isomeri E e Z)	<input type="checkbox"/>		
Metalaxyl e metalaxyl-M	<input type="checkbox"/>		
Metamidofos	<input type="checkbox"/>		
Metconazolo	<input type="checkbox"/>		
Metidation	<input type="checkbox"/>		
Metiocarb	<input type="checkbox"/>		
Metobromuron	<input type="checkbox"/>		
Metolachlor e metolachlor-S	<input type="checkbox"/>		
Metomil	<input type="checkbox"/>		
Metossicloro	<input type="checkbox"/>		
Metossifenoziide	<input type="checkbox"/>		

Metribuzin	<input type="checkbox"/>		
Miclobutanil	<input type="checkbox"/>		
Monocrotofos	<input type="checkbox"/>		
Nitenpiram	<input type="checkbox"/>		
Ometoato	<input type="checkbox"/>		
Ossidemeton-metile	<input type="checkbox"/>		
Oxadixil	<input type="checkbox"/>		
Oxamil	<input type="checkbox"/>		
Paclobutrazolo	<input type="checkbox"/>		
Paration etile	<input type="checkbox"/>		
Paration metile	<input type="checkbox"/>		
Paraoxon metile	<input type="checkbox"/>		
Pencicuron	<input type="checkbox"/>		
Penconazolo	<input type="checkbox"/>		
Pendimetalin	<input type="checkbox"/>		
Permetrina	<input type="checkbox"/>		
Pimetrozine	<input type="checkbox"/>		
Piraclostrobin	<input type="checkbox"/>		
Piridaben	<input type="checkbox"/>		
Pirimetanil	<input type="checkbox"/>		
Pirimicarb	<input type="checkbox"/>		
Pirimifos etile	<input type="checkbox"/>		
Pirimifos metile	<input type="checkbox"/>		
Piriproxifen	<input type="checkbox"/>		
Procimidone	<input type="checkbox"/>		
Procloraz (solo Procloraz tal quale)	<input type="checkbox"/>		
Profenofos	<input type="checkbox"/>		
Promecarb	<input type="checkbox"/>		
Propaclor	<input type="checkbox"/>		
Propamocarb	<input type="checkbox"/>		
Propargite	<input type="checkbox"/>		
Propiconazolo	<input type="checkbox"/>		
Propoxur	<input type="checkbox"/>		
Prosulfocarb	<input type="checkbox"/>		
Protioconazolo (Protioconazolodestio(somma di isomeri))	<input type="checkbox"/>		
Protiofos	<input type="checkbox"/>		
Quinoxifen	<input type="checkbox"/>		
Rotenone	<input type="checkbox"/>		
Spinosad (somma di spinosyn A e spinosyn D, espressa in spinosad)	<input type="checkbox"/>		
Spirodiclofen	<input type="checkbox"/>		
Spiromesifen	<input type="checkbox"/>		
Spiroxamina			
Taufluvallinate			
Tebuconazolo			
Tebufenozide			

Tebufenpirad			
Teflubenzuron			
Terbutilazina			
Teflutrin			
Tetraconazolo			
Tetradifon			
Tetrametrina			
Tiabendazolo			
Tiaclopid			
Tiametoxam			
Tiodicarb			
Tolclofos M			
Tolilfluamide			
Triazofos			
Trifloxistrobin			
Triflumuron			
Trifluralin			
Triticonazolo			
Vinclozolin			
Zoxamide			

sostanza attiva	analizzata	LOQ (mg/kg)	risultato (mg/kg)
Nitrati (NO ₃)	<input type="checkbox"/>		

MODULO PER PRESENTARE APPELLI/RECLAMI

Denominazione del laboratorio partecipante

Codice identificativo del laboratorio partecipante

Codice/Matrice del proficiency test

APPELLO

RECLAMO

Valutazione delle prestazioni *(dimostrazione oggettiva)*

Tempistica non rispettata *(consegna degli oggetti, consegna del report)*

Errori sul report finale

Condizioni del campione *(scongelato, omogeneizzazione inadeguata)*

Breve descrizione:

.....

.....

.....

.....

Data:

Firma:

.....

.....

Hanno collaborato alla realizzazione del test:

- ✓ per la parte preparativa: A. Carioli(*firmato*), A. Tieghi(*firmato*).
- ✓ per la parte analitica: A. Carioli(*firmato*), D. Tamoni(*firmato*).
- ✓ per la parte organizzativa, elaborazione statistica e stesura: A. Carioli(*firmato*), A. Tieghi(*firmato*).

fine rapporto
