

# PT Fitofarmaci: 2a sessione test prodotti fitosanitari anno 2020



Redazione	Angela Carioli Alessandro Tieghi Diego Tamoni Erika Roncarati	acarioli@arpae.it atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it eroncarati@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 .....	7
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 .....	16
16. Errori Quali-Quantitativi .....	37
17. Confronto con altri test .....	39
18. Statistica .....	43
19. Appelli o Reclami .....	49
20. Oggetti residui .....	49
21. Riferimenti .....	49

**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 etion .....	17
Tabella 14: risultati fenexamide .....	20
Tabella 15: risultati metribuzin .....	23
Tabella 16: risultati paclobutrazolo .....	25
Tabella 17: risultati procloraz .....	28
Tabella 18: risultati protiofos .....	31
Tabella 19: rappresentazione risultati attraverso z-score .....	34
Tabella 20: riassunto giudizi .....	34
Tabella 21: AZ <sup>2</sup> .....	35
Tabella 22: Falsi positivi .....	37
Tabella 23: performance per test con uguale matrice .....	39
Tabella 24: confronto parametri comuni .....	39
Tabella 25: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati .....	40
Tabella 26: dettaglio risultati SSZ e AZ <sup>2</sup> .....	41

Grafici

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempoinore .....	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: etion .....	18
Grafico 6: etion .....	18
Grafico 7: etion- z-score .....	19
Grafico 8: fenexamide .....	21
Grafico 9: fenexamide .....	21
Grafico 10: fenexamide- z-score.....	22
Grafico11: metribuzin.....	24
Grafico12: metribuzin.....	24
Grafico 14: paclobutrazolo .....	26
Grafico 15: paclobutrazolo .....	26
Grafico 16: paclobutrazolo- z-score .....	27
Grafico17: procloraz.....	29
Grafico18: procloraz.....	29
Grafico 19: procloraz- z-score .....	30
Grafico 20: protiofos.....	32
Grafico 21: protiofos.....	32
Grafico 22: protiofos- z-score.....	33
Grafico 23: AZ2.....	36
Grafico 24: risultati nel tempo SSZ e AZ <sup>2</sup> .....	42

## 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 "Guidancedocument on analyticalquality control and methodvalidationprocedures for pesticidesresidues 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), in conformità alla 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>	12/08/2020
<i>Data di consegna al corriere per la spedizione ai laboratori</i>	19/10/2020
<i>Corriere utilizzato</i>	Traser
<i>Campioni (incrementati e bianco) conservati con</i>	ghiaccio secco
<i>Numero campioni incrementati preparati</i>	75
<i>Numero campioni bianchi</i>	76
<i>Numero laboratori cui è stato inviato il test</i>	47
<i>Numero laboratori che hanno fornito risultati</i>	45 pari al 95.7%
<i>Elenco dei laboratori che hanno partecipato al test</i>	Tabella 2: elenco dei laboratori
<i>Matrice utilizzata</i>	kiwi
<i>Numero di sostanze attive nel test</i>	6
<i>Descrizione sostanze attive</i>	etion, fenexamide, metribuzin, paclobutrazolo, procloraz, protiofos.
<i>Livello di concentrazione</i>	Tabella 9: valore assegnato della concentrazione

Nel mese di agosto 2020 è stato preparato il secondo 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
ADESUD
AGRIPARADIGMA RA
AGRIPARADIGMA SR
AGROBIOLAB
AGROLAB ITALIA
ALPHA ECOLOGIA
ALS ITALIA
ARACE
BIOCHEMIELAB
BONASSISA
BONDUELLE FRESCO ITALIA
BUCCIARELLI LABORATORIO
CADIR LAB
CENTRO ANALISI BIOCHIMICHE DR VENTRE
CENTRO ANALISI DR G. VECCHIO
CHELAB PO
CHELAB TV
CHEMISERVICE
CHI.BI.LAB
CHIMIA
CONSERVE ITALIA
CONSORZIO GLOBAL QUALITY MOFLAB

D'ANIELLO
ECOCONTROL SUD
EPTANORD
EUROFINS
EUROLAB
EUROQUALITY LAB
FLORAMO
FRUTTAGE
GE.PRO.TER.
GREIT
LA LINEA VERDE
LABCAM
LABORATORIO GIUSTO
LABORATORIO REI
LAIMBURG
MARINO
NUCLEO CHIMICO MEDITERRANEO
NUTROPLANT
PH
SIALAB
SICURAL
SYNLAB
VASSANELLILAB
WATER & LIFE

### 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: kiwi. 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 8 %. 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 KIWI, codice 2S20.

#### 6. Preparazione degli standard

A partire dagli standard 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 nella Tabella 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 KIWI, codice test 2S20.

#### 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 I65001/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 19/10/2020. Su richiesta del corriere, la consegna è stata posticipata rispetto alla programmazione. I partecipanti sono stati informati di tale variazione tramite mail in data 08/10/2020

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 2S20 Fitofarmaci è stata individuata come "dead line" il 16/11/2020.

Per la trasmissione dei risultati, con ogni partecipante viene condiviso uno specifico Foglio di Google che riporta il codice identificativo del laboratorio. Come stabilito nell'al40441/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 tempo in 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	17	38
ottimo	43	96	24	21	47
buono	2	4	48	6	13
scarso			72	1	2
			> 72		
moduli	45	100	risultati	45	100

<b>METODI DI ANALISI</b>		
	<i>n°</i>	<i>%</i>
campioni inviati	47	
EN 15662:2018	41	91
Ripartizione liquido:liquido		
Altro	4	9
moduli	45	100

Legenda:

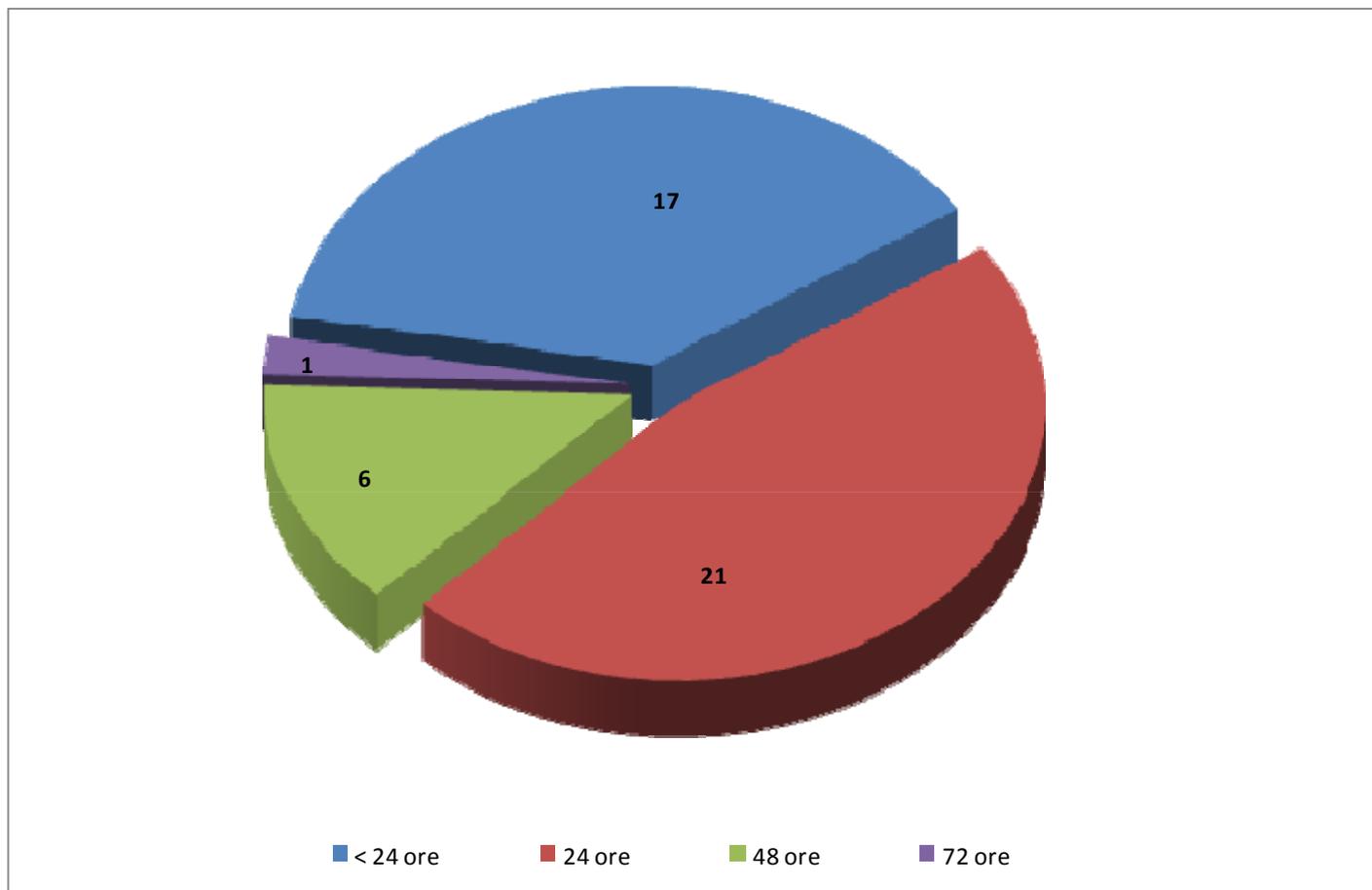
- Invio campioni al Laboratorio

- ✓ *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 tempoinore**



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

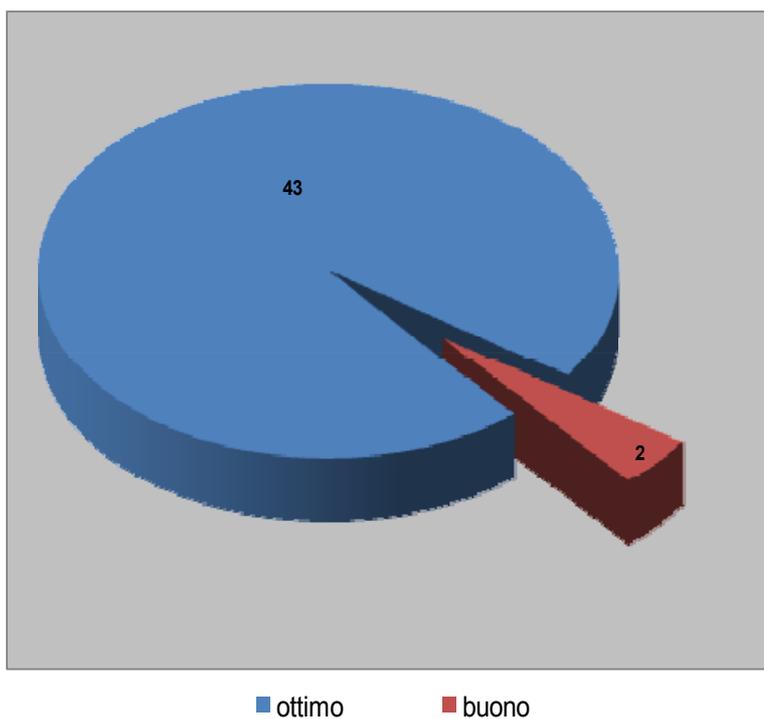


Grafico 3: Metodi di analisi

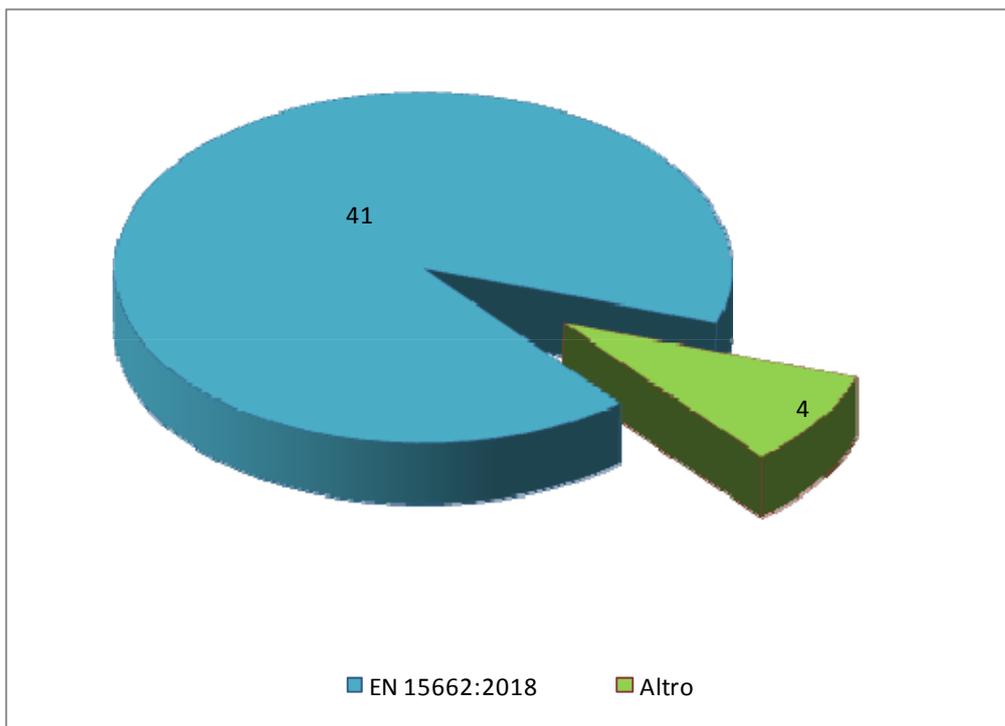
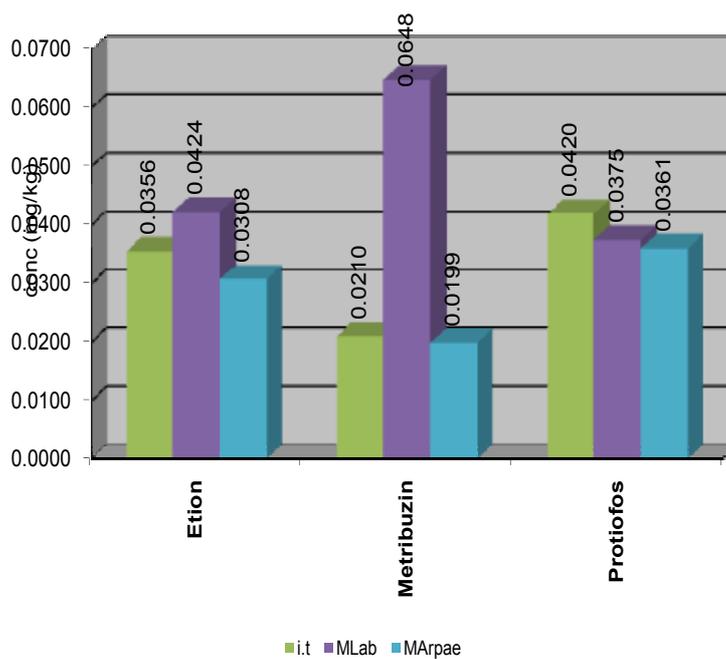
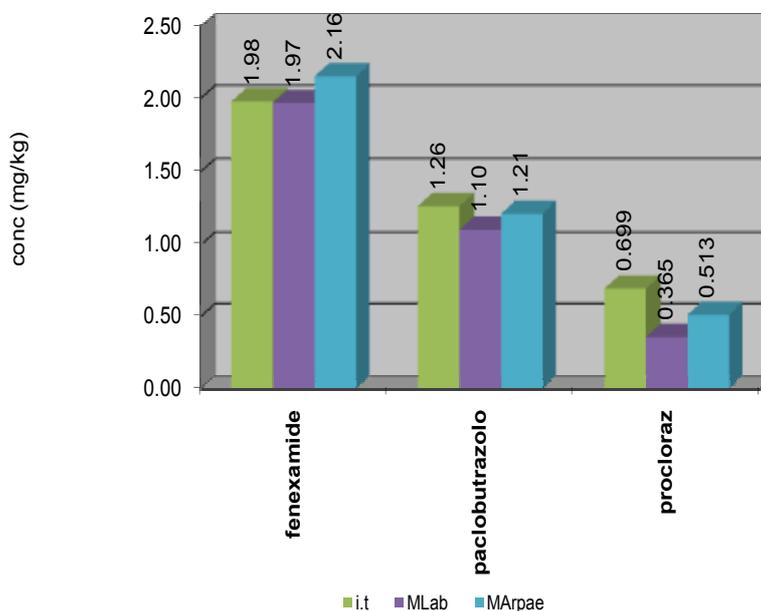


Grafico 4: confronto medie e incremento teorico





## 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.	etion	fenexamide	metribuzin	paclobutrazolo	procloraz	protiofos
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	0.036	1.977	0.021	1.258	0.699	0.042
ripet. 1.1	0.0318	2.13	0.0242	1.15	0.497	0.0395
ripet. 1.2	0.0308	2.08	0.0245	1.16	0.484	0.0373
ripet. 1.3	0.0310	2.06	0.0214	1.15	0.501	0.0409
ripet. 1.4	0.0314	2.17	0.0224	1.22	0.543	0.0389
ripet. 1.5	0.0301	2.09	0.0212	1.20	0.513	0.0382
ripet. 1.6	0.0317	2.17	0.0203	1.21	0.514	0.0363
ripet. 1.7	0.0307	2.04	0.0198	1.21	0.501	0.0377
ripet. 1.8	0.0307	2.22	0.0197	1.20	0.520	0.0358
ripet. 1.9	0.0306	2.15	0.0204	1.19	0.529	0.0343
ripet. 1.10	0.0304	2.13	0.0198	1.20	0.516	0.0366
ripet. 2.1	0.0308	2.19	0.0197	1.20	0.516	0.0350
ripet. 2.2	0.0304	2.19	0.0196	1.21	0.515	0.0346
ripet. 2.3	0.0298	2.11	0.0181	1.24	0.474	0.0343
ripet. 2.4	0.0306	2.48	0.0191	1.18	0.565	0.0310
ripet. 2.5	0.0308	2.18	0.0170	1.22	0.504	0.0344
ripet. 2.6	0.0309	2.17	0.0182	1.25	0.514	0.0362
ripet. 2.7	0.0306	2.14	0.0189	1.23	0.513	0.0342
ripet. 2.8	0.0315	2.13	0.0189	1.28	0.525	0.0371
ripet. 2.9	0.0307	2.17	0.0176	1.21	0.515	0.0347
ripet. 2.10	0.0312	2.12	0.0178	1.24	0.506	0.0360

Tabella 5: verifica omogeneità

Descrizione s.a.	etion	fenexamide	metribuzin	paclobutrazolo	procloraz	protiofos
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	<b>0.0356</b>	<b>1.98</b>	<b>0.0210</b>	<b>1.26</b>	<b>0.699</b>	<b>0.0415</b>
Media ARPAE ( $M_{arpae}$ )	0.0308	2.16	0.0199	1.21	0.513	0.0361
Mediana ( $m_{arpae}$ )	0.0307	2.15	0.0197	1.21	0.514	0.0361
num. misure (n)	20	20	20	20	20	20
gradi di libertà (gdl)	19	19	19	19	19	19
valore minimo ( $vm_{arpae}$ )	0.0298	2.0361	0.0170	1.1507	0.4741	0.0310
valore massimo ( $VM_{arpae}$ )	0.0318	2.4824	0.0245	1.2767	0.5651	0.0409
$ds_{arpae}$	0.0005	0.0899	0.0020	0.0317	0.0193	0.0023
dev. std. media ( $Sm_{arpae}$ )	0.00011	0.02009	0.000450	0.007092	0.004317	0.000504
Varianza	2.49E-07	8.07E-03	4.06E-06	1.01E-03	3.73E-04	5.07E-06
Giustizia ( $Giu_{arpae}$ )	-0.0048	0.179	-0.00106	-0.04892	-0.1855	-0.00535

Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

Descrizione s.a.	etion	fenexamide	metribuzin	paclobutrazolo	procloraz	protiofos
$S_w$	5.32E-04	8.54E-02	2.25E-03	3.43E-02	1.24E-02	2.90E-03
$S_s$	0.00E+00	2.87E-02	0.00E+00	0.00E+00	1.52E-02	0.00E+00
$\sigma_{omo}$	4.62E-03	3.23E-01	2.99E-03	1.81E-01	7.70E-02	5.42E-03
Valore di controllo $0.3 \sigma_{omo}$	1.39E-03	9.70E-02	8.97E-04	5.44E-02	2.31E-02	1.62E-03
<b><math>S_w \leq 0.3 \sigma_{omo}</math></b>	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

$\sigma_{omo}$ : 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)	$\sigma$	giudizio
etion	0.0330	0.0320	0.033	0.0300	0.0300	0.0300	0.0025	0.0107	Pass
fenexamide	2.066	2.150	2.108	2.229	2.162	2.196	0.0875	0.4914	Pass
metribuzin	0.014	0.015	0.015	0.016	0.018	0.017	0.0025	0.0162	Pass
paclobutrazolo	1.209	1.230	1.220	1.273	1.306	1.290	0.070	0.276	Pass
procloraz	0.331	0.330	0.331	0.410	0.389	0.400	0.069	0.091	Fail
protiofos	0.030	0.036	0.033	0.027	0.027	0.027	0.006	0.009	Fail

Nota: giorno1 = giorno della spedizione

giorno2 = 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)	$\sigma$	giudizio
etion	0.0330	0.0320	0.033	0.030	0.032	0.0310	0.0015	0.0107	Pass
fenexamide	2.066	2.150	2.108	1.999	1.921	1.9600	0.1480	0.4914	Fail
metribuzin	0.0140	0.0150	0.0145	0.0140	0.0130	0.0135	0.001	0.0162	Pass
paclobutrazolo	1.209	1.230	1.220	1.220	1.247	1.234	0.014	0.276	Pass
procloraz	0.331	0.330	0.331	0.312	0.327	0.320	0.011	0.091	Pass
protiofos	0.030	0.036	0.033	0.030	0.029	0.030	0.004	0.009	Fail

Nota: giorno1 = 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  $\sigma_{PT} \leq u_{(xPT)}$

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
etion	0.0426	0.0106	0.00100	no	Z-score
fenexamide	1.97	0.491	0.0395	no	Z-score
metribuzin	0.0648	0.0162	0.00440	no	Z-score
paclobutrazolo	1.10	0.2758	0.0201	no	Z-score
procloraz	0.365	0.0912	0.0113	no	Z-score
protiofos	0.0375	0.00940	0.00090	no	Z-score

Per le sostanze attive fenexamide, procloraz e protiofos una delle valutazioni della stabilita' non ha dato esito conforme, pertanto per tale sostanza verra' 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:

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

dove:

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

$\sigma_{PT}$ : deviazione standard pari al 25% della media robusta.

Tabella 10: valutazione adeguatezza del metodo

Sostanza attiva	i.t.	media robusta (mg/kg)	$S_{\text{val ARPAE}}$	$\frac{S_{\text{val ARPAE}}}{\sigma_{PT}} < 0.5$	Valutazione
etion	0.0356	0.0424	0.00141	0.133	sì
fenexamide	1.98	1.97	0.0021	0.004	sì
metribuzin	0.0210	0.0648	0.0002	0.012	sì
paclobutrazolo	1.26	1.10	0.00409	0.015	sì
procloraz	1.81	0.365	0.00126	0.014	sì
protiofos	0.0762	0.0375	0.00467	0.500	sì

Tabella 11: risultati dai laboratori

Descrizione p.a. <i>incremento teorico (mg/kg)</i>	etion 0.0356	fenexamide 1.98	metribuzin 0.0210	paclobutrazolo 1.26	procloraz 0.699	protiofos 0.0415
15	0.031	1.557	ND	1.007	0.327	0.038
93	0.045	2.3	0.047	1.25	0.36	0.039
106	0.046	1.870	0.029	0.278	0.330	0.036
114	0.0439	1.9256	0.0797	1.0977	0.4103	0.0402
123	0.043	2.067	0.046	1.065	0.306	0.046
127	0.036	1.83	0.068	1.15	0.35	0.032
141	0.047	2.090	0.070	1.046	0.364	0.040
144	0.0392	1.78	0.0852	1.07	0.352	0.0315
149	0.045	1.96	ND	1.07	0.35	0.04
162	0.045	1.88	ND	1.075	0.34	0.01
168	0.046	2	0.039	1.1	0.362	0.04
183	0.033	1.316	0.089	0.956	0.336	0.032
207						
220	0.04	1.5	0.07	1.1	0.4	0.04
251	0.048	1.909	0.052	1.909	0.322	ND
273	0.08	ND	0.065	ND	0.38	0.055
297	0.038	1.965	0.101	1.141	0.417	0.03
313						
325	0.037	1.884	0.059	1.097	0.334	0.043
338	ND	3.8	0.11	ND	0.47	ND
345	0.045	2.19	0.069	1.31	0.39	0.035
389	0.042	1.88	0.048	1.08	0.33	0.04
393	0.058	1.89	0.048	1.05	0.59	0.038
395	0.045	2.00	0.07	1.22	0.47	0.04
414	0.041	1.874	0.068	1.074	0.41	0.034
421	0.041	1.93	0.064	1.06	ND	0.042
465	0.04	1.9	0.06	1	0.4	0.04
499	ND	2143	0.094	ND	0.33	ND
511	0.032	ND	NR	ND	0.32	0.032
512	0.045	1.85	0.04	1.05	0.32	0.043
520	0.039	1.838	0.046	1.148	0.325	0.033
529	0.043	2.250	0.073	1.200	0.420	0.035
565	0.0400	1.85	0.076	1.11	0.333	0.0330
593	0.041	1.89	0.037	1.028	0.26	0.035
622	0.05	2.08	0.093	1.15	0.48	0.04
638	0.042	2.418	0.082	1.338	0.442	0.035
671	0.042	2.24	0.068	1.15	0.397	0.035
683	0.054	1.97	0.072	0.99	0.42	0.042
703	ND	2.3	0.029	ND	ND	ND
729	0.034	1.8	0.055	1	0.3	0.03
740	0.037	1.809	0.052	1.120	0.306	0.042
795	0.048	2.064	0.093	1.323	0.365	0.039
815	0.05	1.797	0.05	1.146	0.29	0.042
823	0.041	2.25	0.087	1.73	0.459	0.038
859	0.054	1.82	0.064	1.006	0.364	0.036
896	0.038	2.25	0.089	ND	ND	ND
945	0.04	1.9	0.025	1	0.27	0.035

### 15. Errori grossolani ovvi

Di seguito sono riportati i valori grossolani ovvi

Codice laboratorio	Parametro	Valore
499	Fenexamide	2143

Tabella 12: statistica risultati ricevuti dai laboratori

Statistica i.t. (mg/kg)	etion 0.0356	fenexamide 1.98	metribuzin 0.0210	paclobutrazolo 1.26	procloraz 0.699	protiofos 0.0415
Media Robusta	0.0424	1.98	0.0648	1.103	0.365	0.0375
Mediana ( $m_{Lab}$ )	0.0420	1.91	0.0680	1.10	0.356	0.0380
num. misure (n)	42	43	41	39	42	40
gradi di libertà (gdl)	41	42	40	38	41	39
n° lab. con nr	0	0	1	0	0	0
n° lab. con nd	3	2	3	6	3	5
valore minimo ( $vm_{Lab}$ )	0.031	1.316	0.025	0.278	0.26	0.01
valore massimo ( $VM_{Lab}$ )	0.08	2143	0.11	1.909	0.59	0.055
ds robusta	0.0049	0.205	0.0225	0.1004	0.0585	0.0046
Std dev 25%	0.0106	0.495	0.0162	0.276	0.0913	0.00938
dev. std. media ( $Sm_{Lab}$ )	0.00126	49.8	0.00324	0.0369	0.0100	0.00103
Varianza	6.67E-05	106603	4.31E-04	0.0532	0.00416	4.28E-05
Giustezza ( $Giu_{Lab}$ )	7.04E-03	-1.15E-02	4.39E-02	-1.54E-01	-3.34E-01	-4.11E-03
Incertezza ( $u_{XPT}$ )	0.00100	0.0395	0.0040	0.0201	0.0113	0.0009

Nella valutazione delle performances dei partecipanti non è stata considerata la sostanza attiva metribuzin in quanto la variabilità dei risultati dei partecipanti, in termini di CV%, risulta essere non paragonabile a valori di riproducibilità desumibili dal <https://www.eurl-pesticides-datapool.eu/> e dal EUPT CF9 2015

Si riporta tuttavia per completezza la valutazione statistica della sostanza attiva meribuzin.

## Analisi statistica dei dati per parametro

Tabella 13: risultati etion

codice laboratorio	etion
15	0.031
93	0.045
106	0.046
114	0.0439
123	0.043
127	0.036
141	0.047
144	0.0392
149	0.045
162	0.045
168	0.046
183	0.033
207	
220	0.04
251	0.048
273	0.08
297	0.038
313	
325	0.037
338	ND
345	0.045
389	0.042
393	0.058
395	0.045
414	0.041
421	0.041
465	0.04
499	ND
511	0.032
512	0.045
520	0.039
529	0.043
565	0.0400
593	0.041
622	0.05
638	0.042
671	0.042
683	0.054
703	ND
729	0.034
740	0.037
795	0.048
815	0.05
823	0.041
859	0.054
896	0.038
945	0.04

Grafico 5: etion

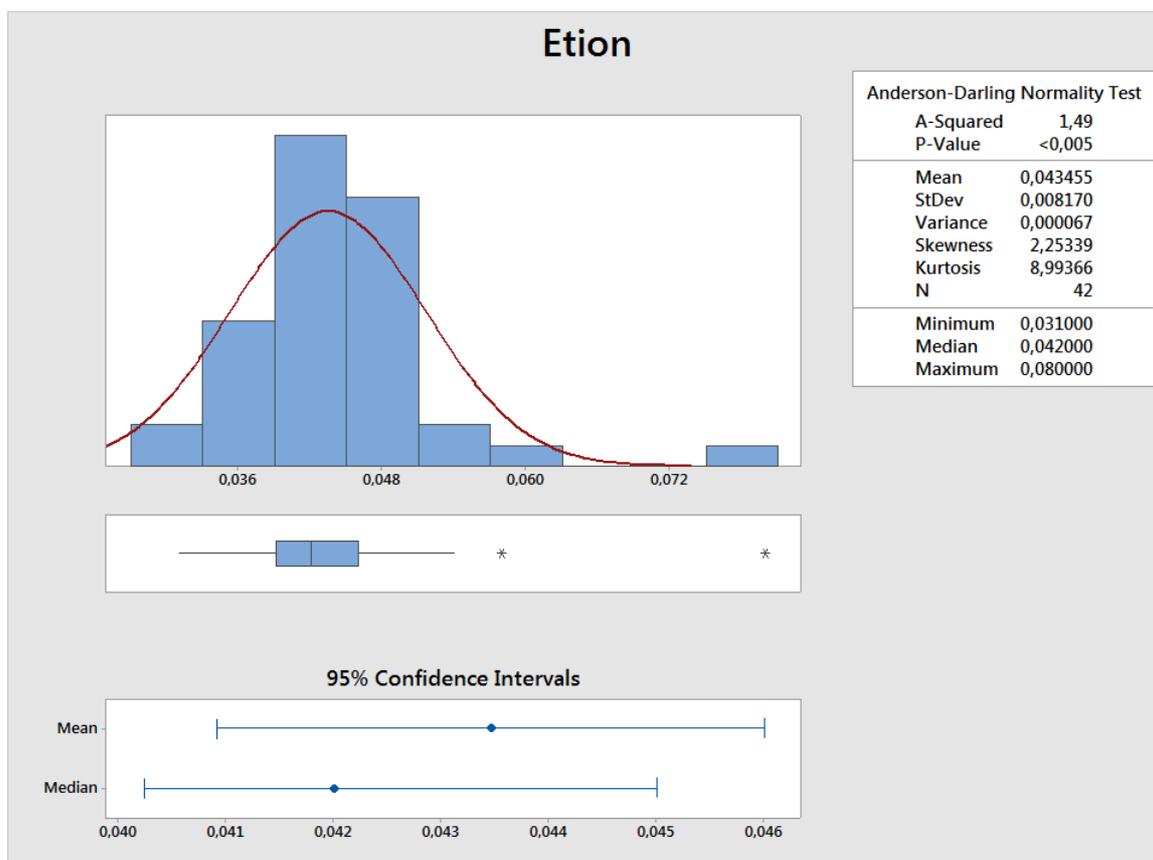


Grafico 6: etion

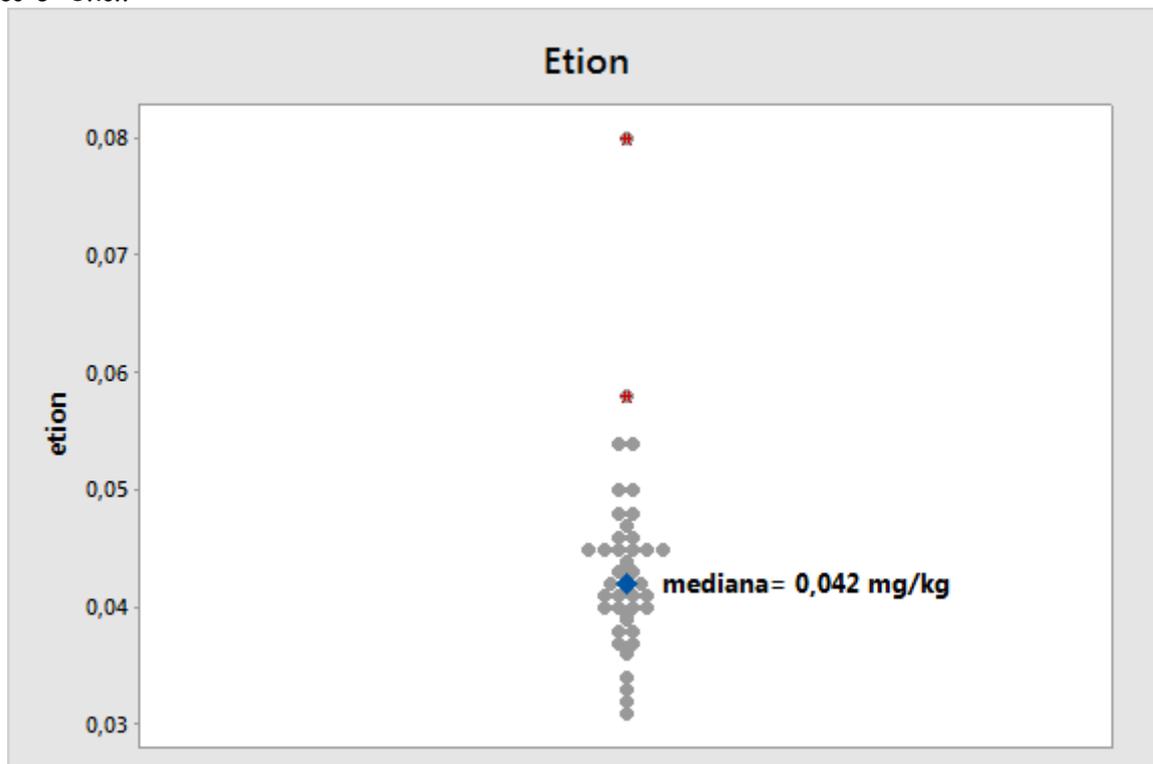
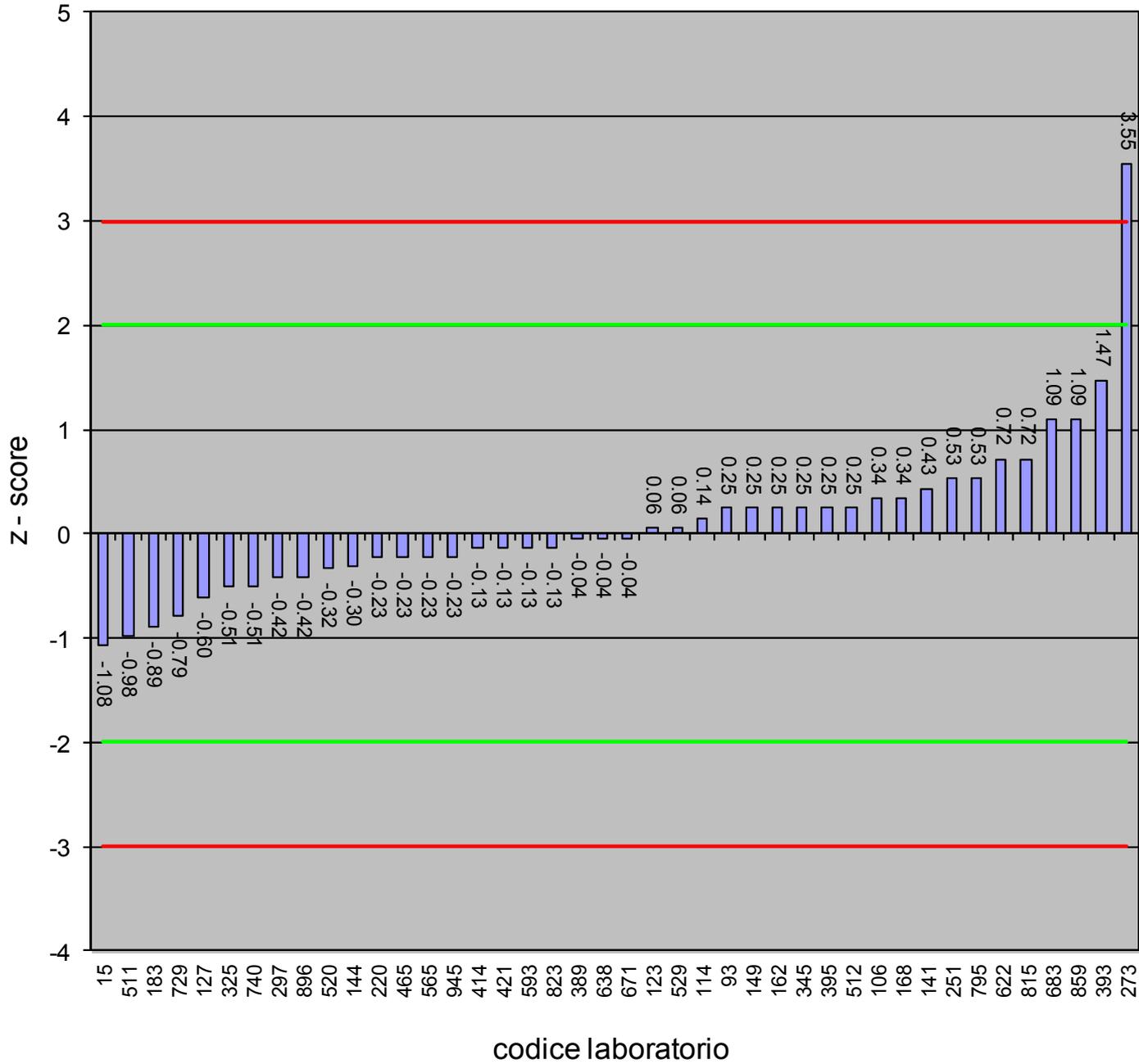


Grafico 7: etion- z-score



█
█ z=-3
 █ z=-2
 █ z=2
 █ z=3

Tabella 14: risultati fenexamide

codice laboratorio	fenexamide
15	1.557
93	2.3
106	1.870
114	1.9256
123	2.067
127	1.83
141	2.090
144	1.78
149	1.96
162	1.88
168	2
183	1.316
207	
220	1.5
251	1.909
273	ND
297	1.965
313	
325	1.884
338	3.8
345	2.19
389	1.88
393	1.89
395	2.00
414	1.874
421	1.93
465	1.9
499	2143
511	ND
512	1.85
520	1.838
529	2.250
565	1.85
593	1.89
622	2.08
638	2.418
671	2.24
683	1.97
703	2.3
729	1.8
740	1.809
795	2.064
815	1.797
823	2.25
859	1.82
896	2.25
945	1.9

Grafico 8: fenexamide

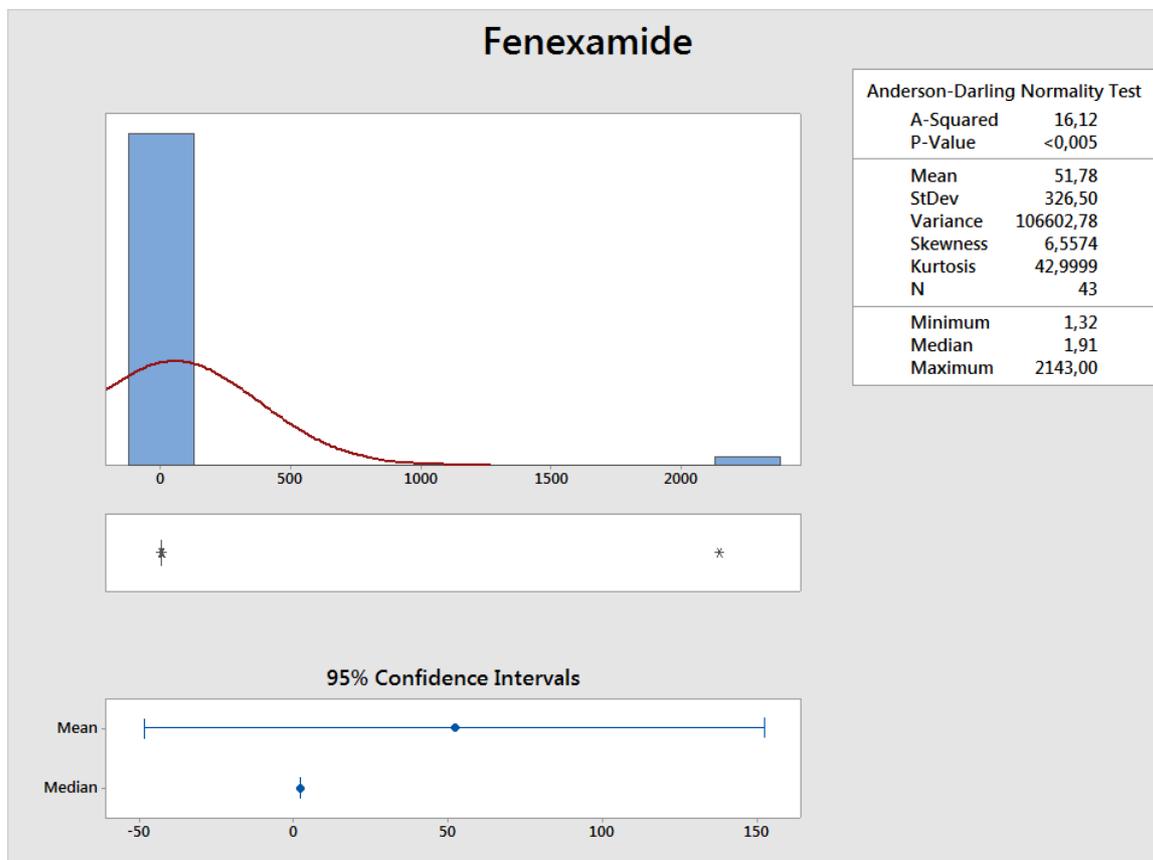


Grafico 9: fenexamide

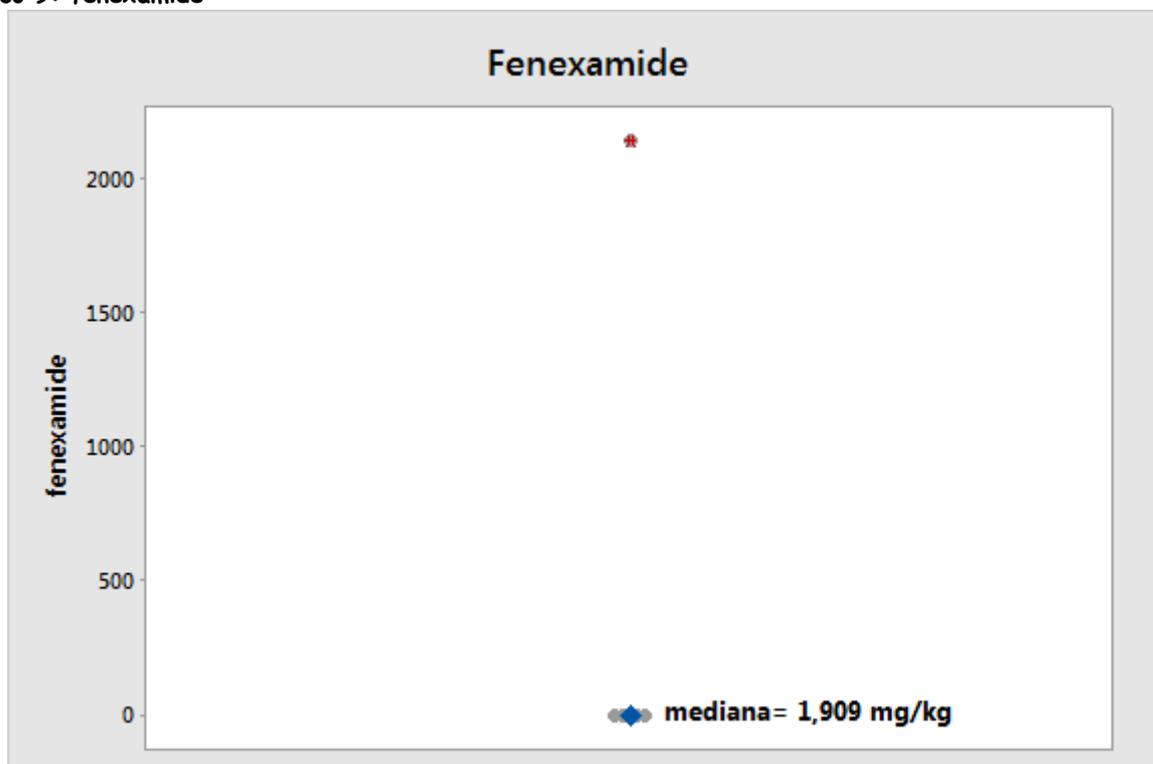
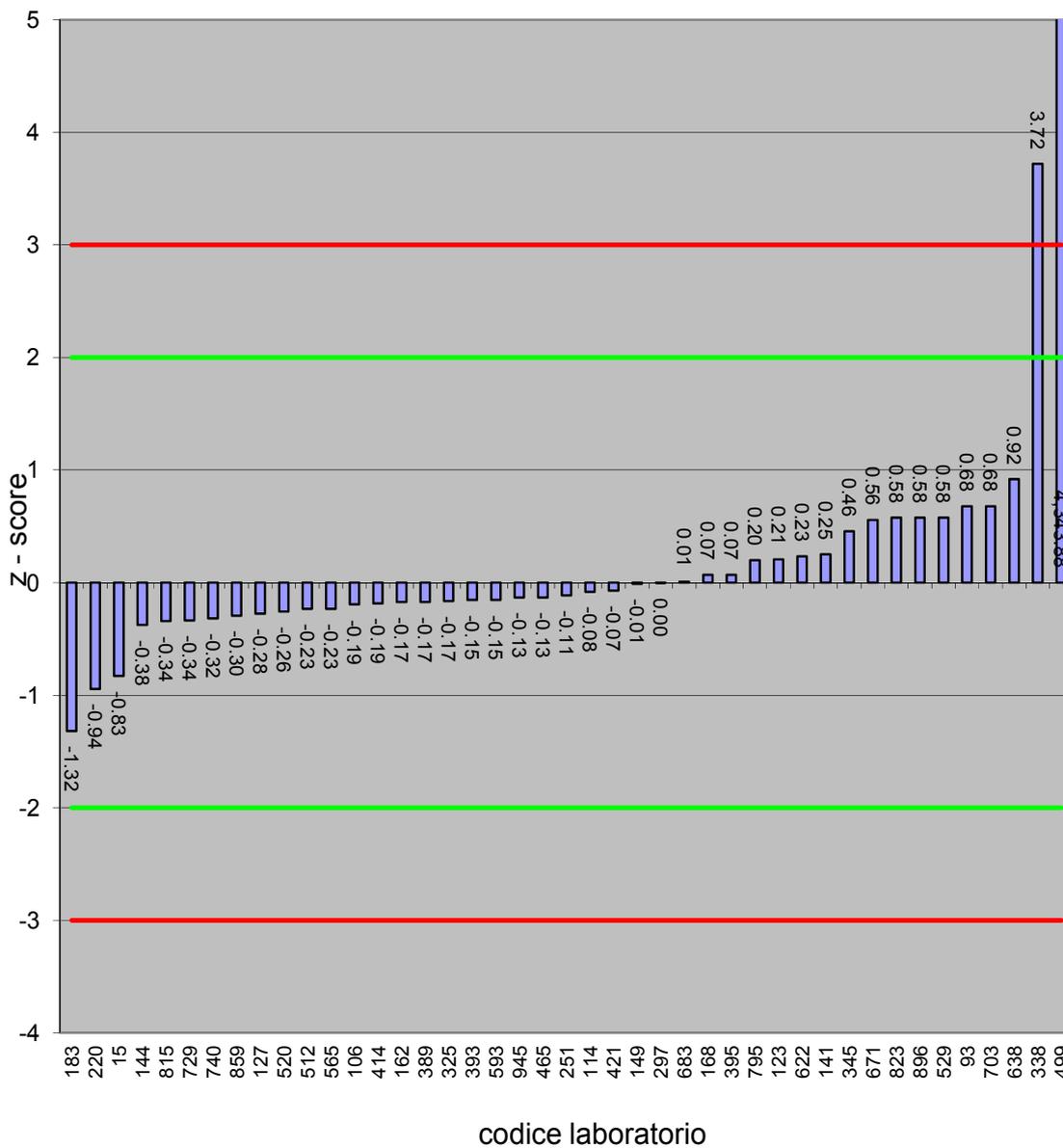


Grafico 10: fenexamide- z'-score



■ z=-3 ■ z= -2 ■ z= 2 ■ z= 3

Tabella 15: risultati metribuzin

codice laboratorio	metribuzin
15	ND
93	0.047
106	0.029
114	0.0797
123	0.046
127	0.068
141	0.070
144	0.0852
149	ND
162	ND
168	0.039
183	0.089
207	
220	0.07
251	0.052
273	0.065
297	0.101
313	
325	0.059
338	0.11
345	0.069
389	0.048
393	0.048
395	0.07
414	0.068
421	0.064
465	0.06
499	0.094
511	NR
512	0.04
520	0.046
529	0.073
565	0.076
593	0.037
622	0.093
638	0.082
671	0.068
683	0.072
703	0.029
729	0.055
740	0.052
795	0.093
815	0.05
823	0.087
859	0.064
896	0.089
945	0.025

Grafico11: metribuzin

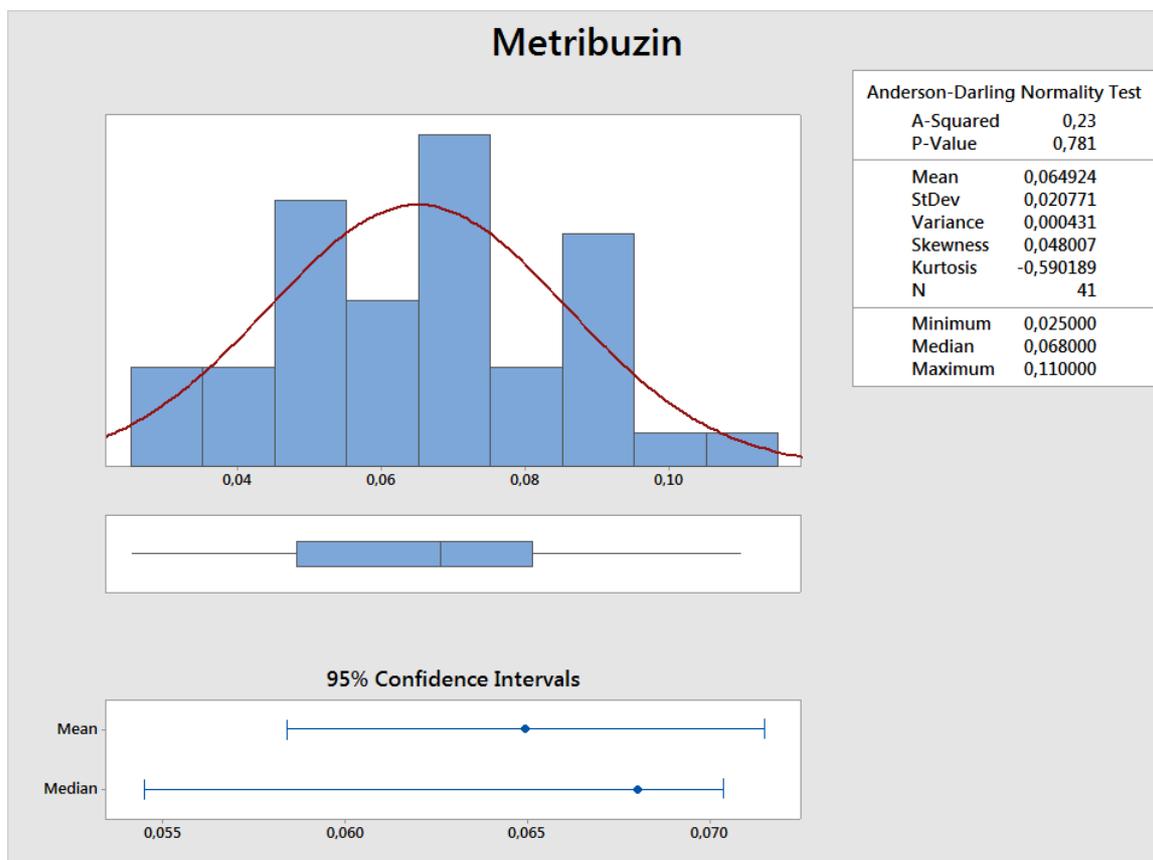


Grafico12: metribuzin

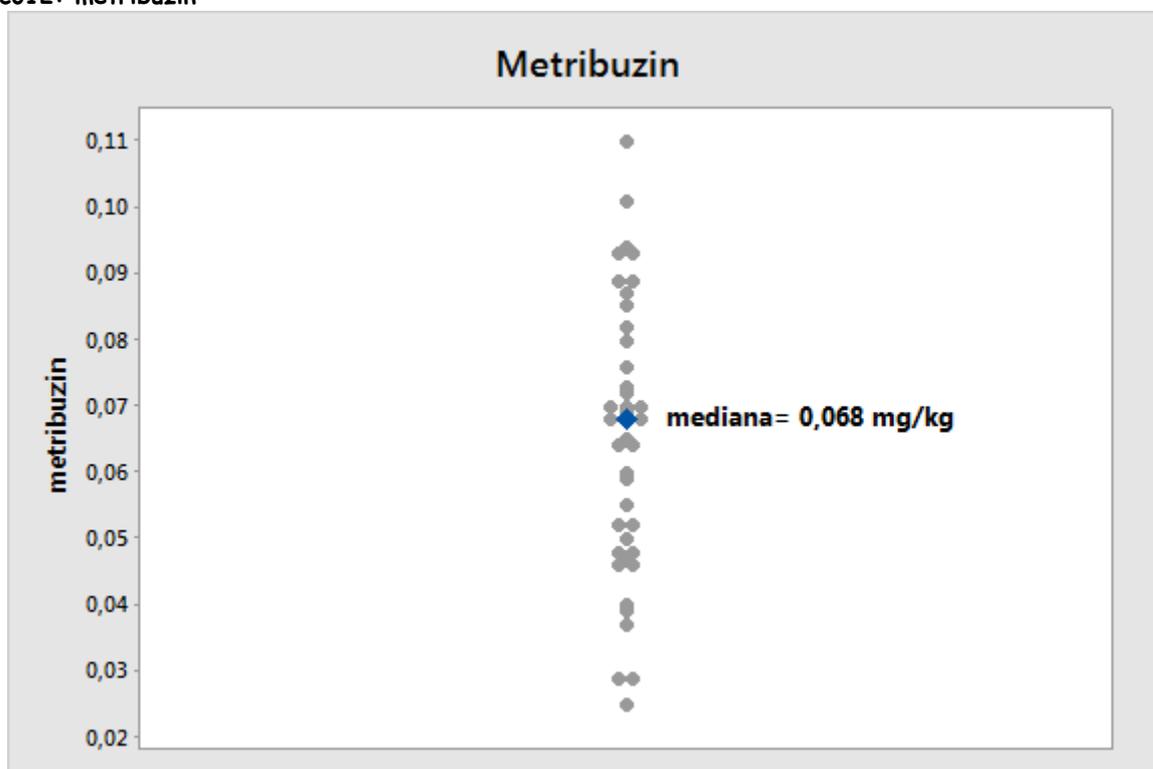


Tabella 16: risultati paclobutrazolo

codice laboratorio	paclobutrazolo
15	1.007
93	1.25
106	0.278
114	1.0977
123	1.065
127	1.15
141	1.046
144	1.07
149	1.07
162	1.075
168	1.1
183	0.956
207	
220	1.1
251	1.909
273	ND
297	1.141
313	
325	1.097
338	ND
345	1.31
389	1.08
393	1.05
395	1.22
414	1.074
421	1.06
465	1
499	ND
511	ND
512	1.05
520	1.148
529	1.200
565	1.11
593	1.028
622	1.15
638	1.338
671	1.15
683	0.99
703	ND
729	1
740	1.120
795	1.323
815	1.146
823	1.73
859	1.006
896	ND
945	1

Grafico 13: paclobutrazolo

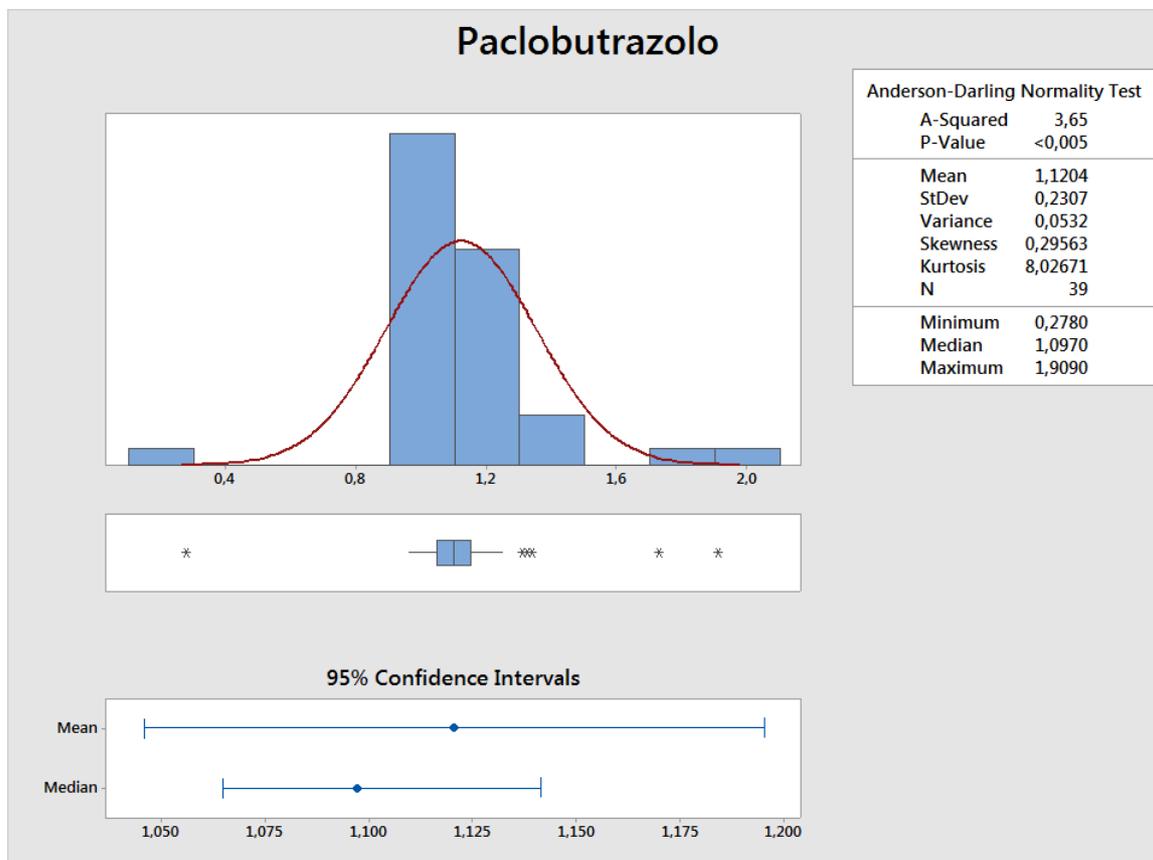


Grafico 14: paclobutrazolo

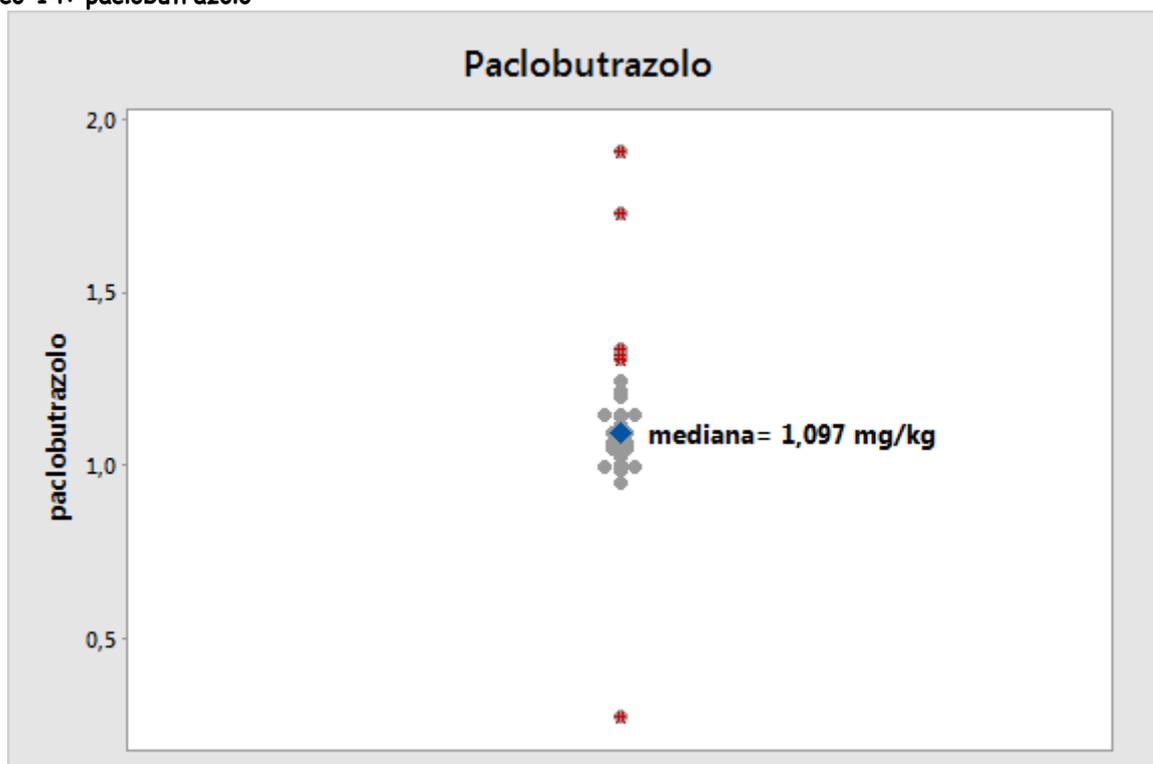


Grafico 15: paclobutrazolo- z-score

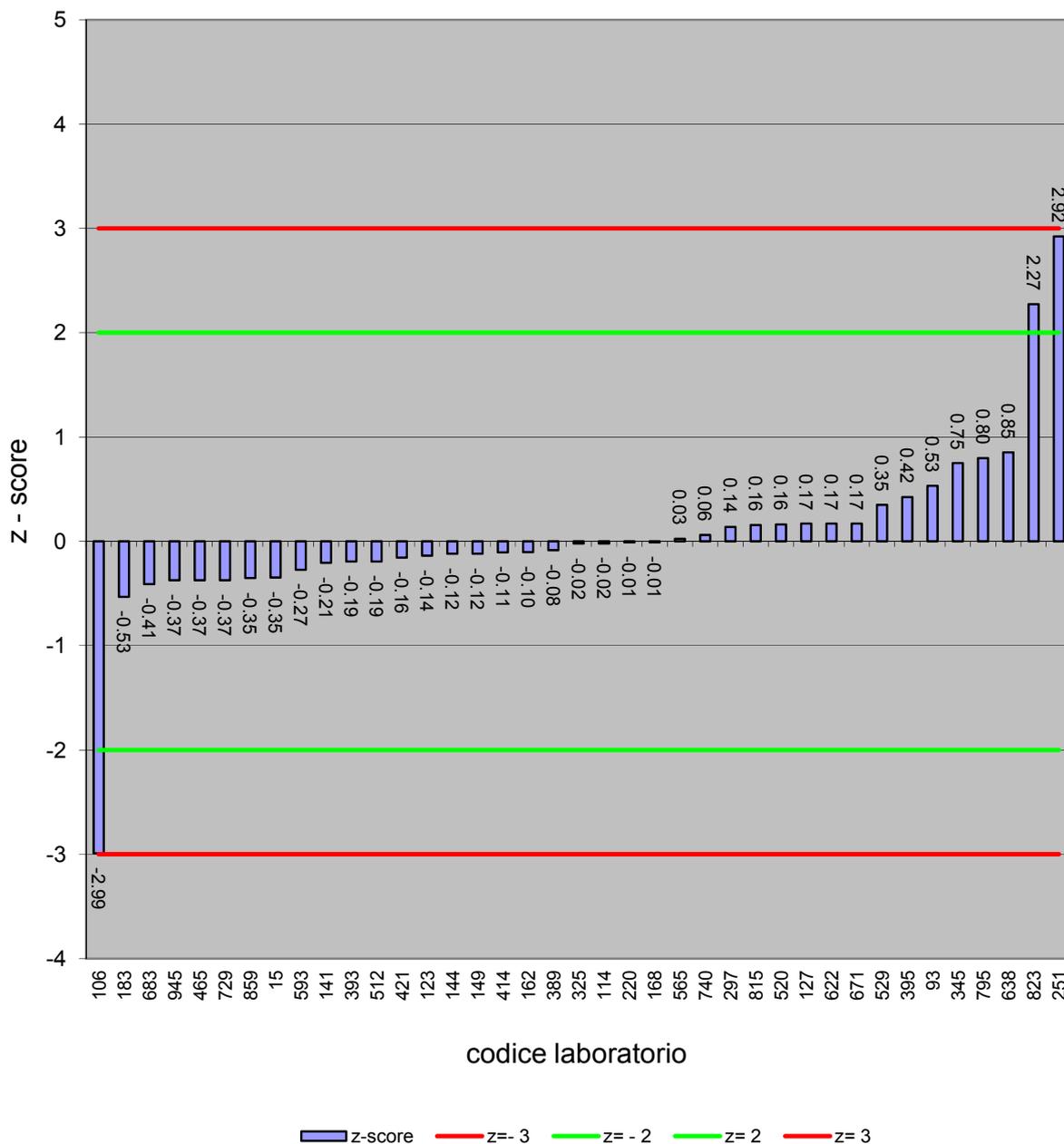


Tabella 17: risultati procloraz

codice laboratorio	procloraz
15	0.327
93	0.36
106	0.330
114	0.4103
123	0.306
127	0.35
141	0.364
144	0.352
149	0.35
162	0.34
168	0.362
183	0.336
207	
220	0.4
251	0.322
273	0.38
297	0.417
313	
325	0.334
338	0.47
345	0.39
389	0.33
393	0.59
395	0.47
414	0.41
421	ND
465	0.4
499	0.33
511	0.32
512	0.32
520	0.325
529	0.420
565	0.333
593	0.26
622	0.48
638	0.442
671	0.397
683	0.42
703	ND
729	0.3
740	0.306
795	0.365
815	0.29
823	0.459
859	0.364
896	ND
945	0.27

Grafico16: procloraz

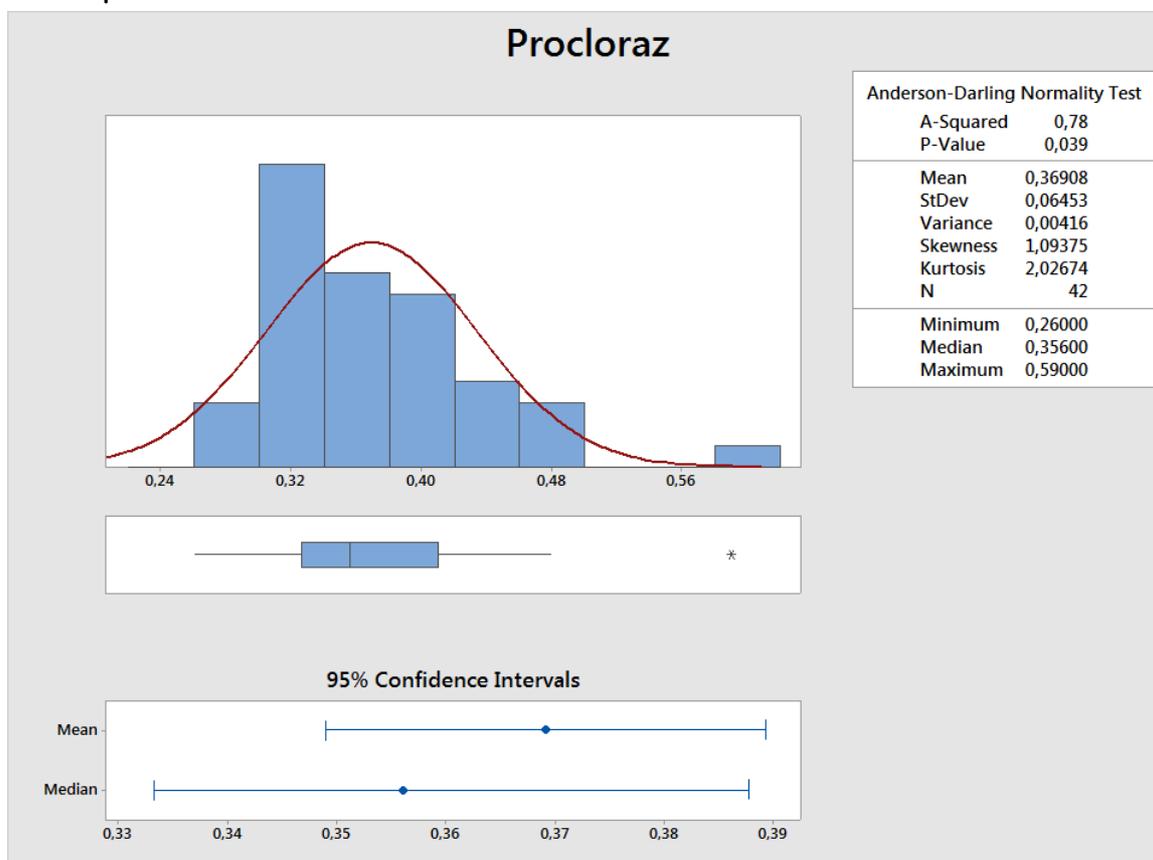


Grafico17: procloraz

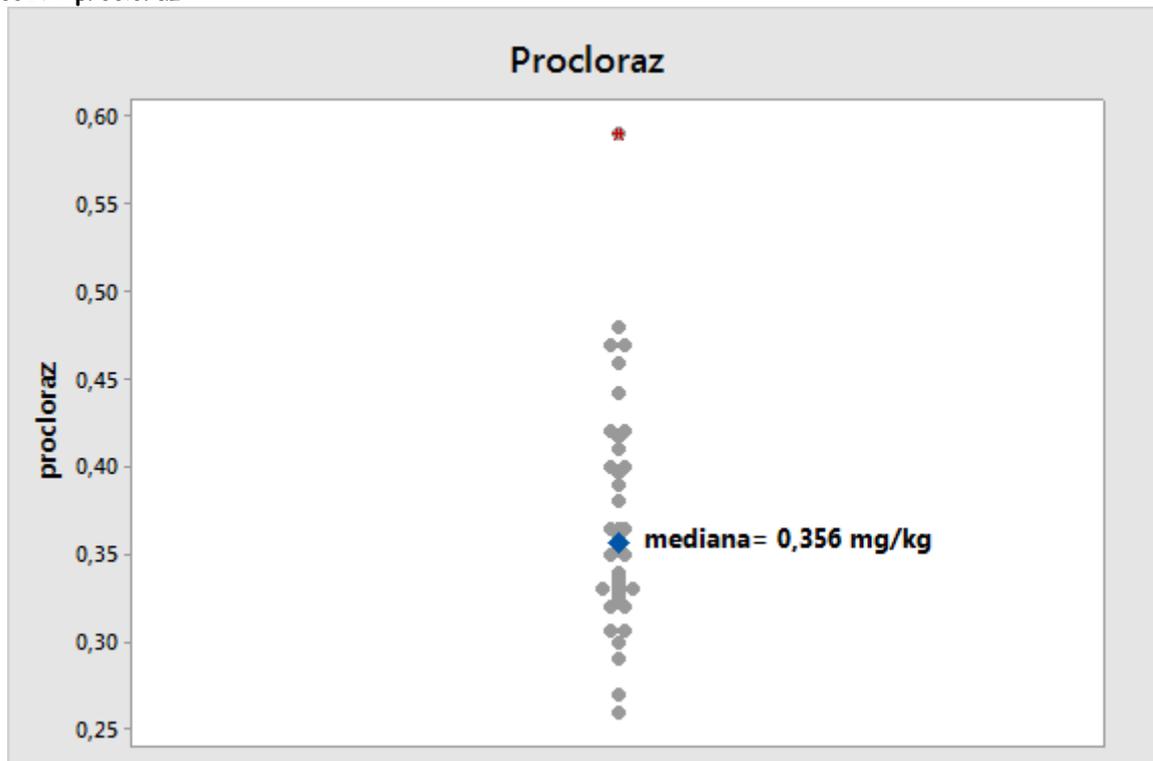


Grafico 18: procloraz- z'-score

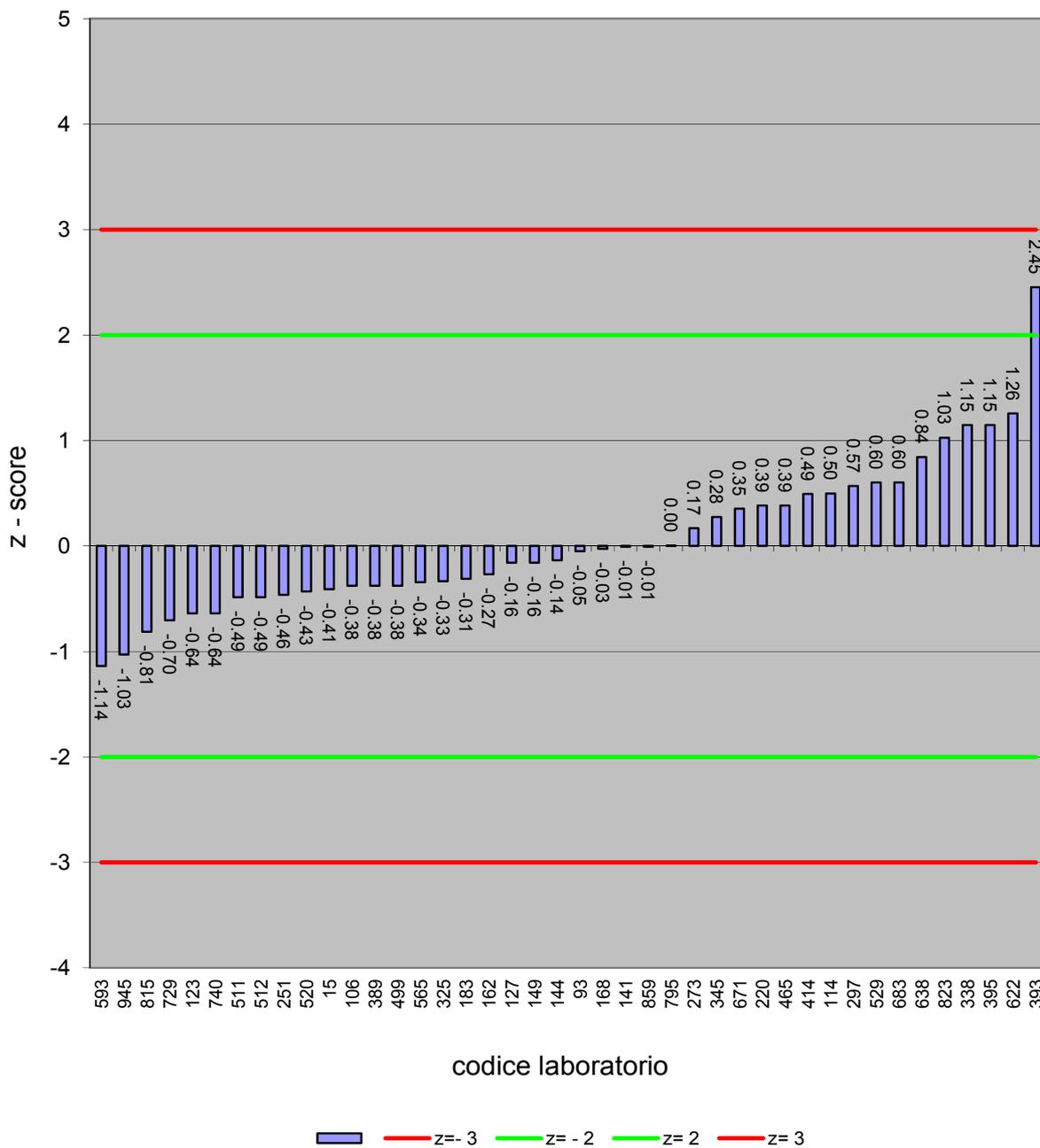


Tabella 18: risultati protiofos

codice laboratorio	protiofos
15	0.038
93	0.039
106	0.036
114	0.0402
123	0.046
127	0.032
141	0.040
144	0.0315
149	0.04
162	0.01
168	0.04
183	0.032
207	
220	0.04
251	ND
273	0.055
297	0.03
313	
325	0.043
338	ND
345	0.035
389	0.04
393	0.038
395	0.04
414	0.034
421	0.042
465	0.04
499	ND
511	0.032
512	0.043
520	0.033
529	0.035
565	0.0330
593	0.035
622	0.04
638	0.035
671	0.035
683	0.042
703	ND
729	0.03
740	0.042
795	0.039
815	0.042
823	0.038
859	0.036
896	ND
945	0.035

Grafico 19: protiofos

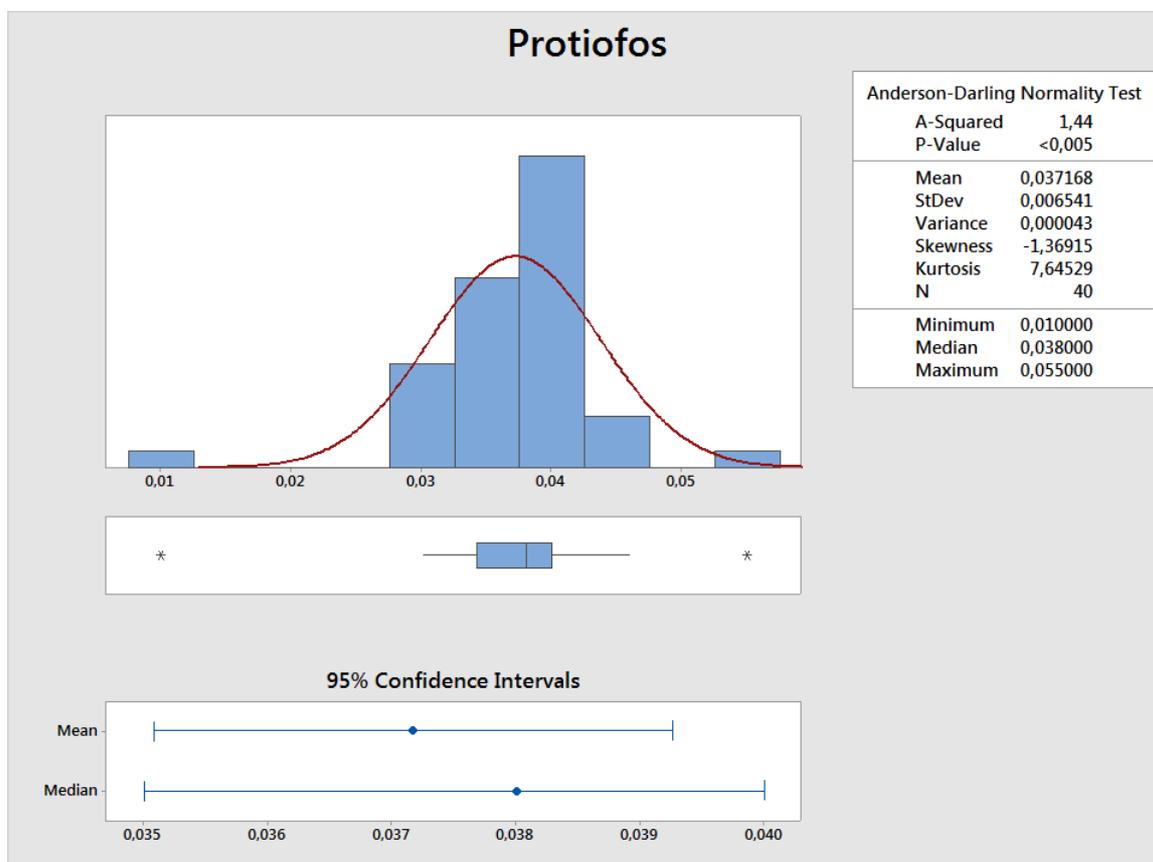


Grafico 20: protiofos

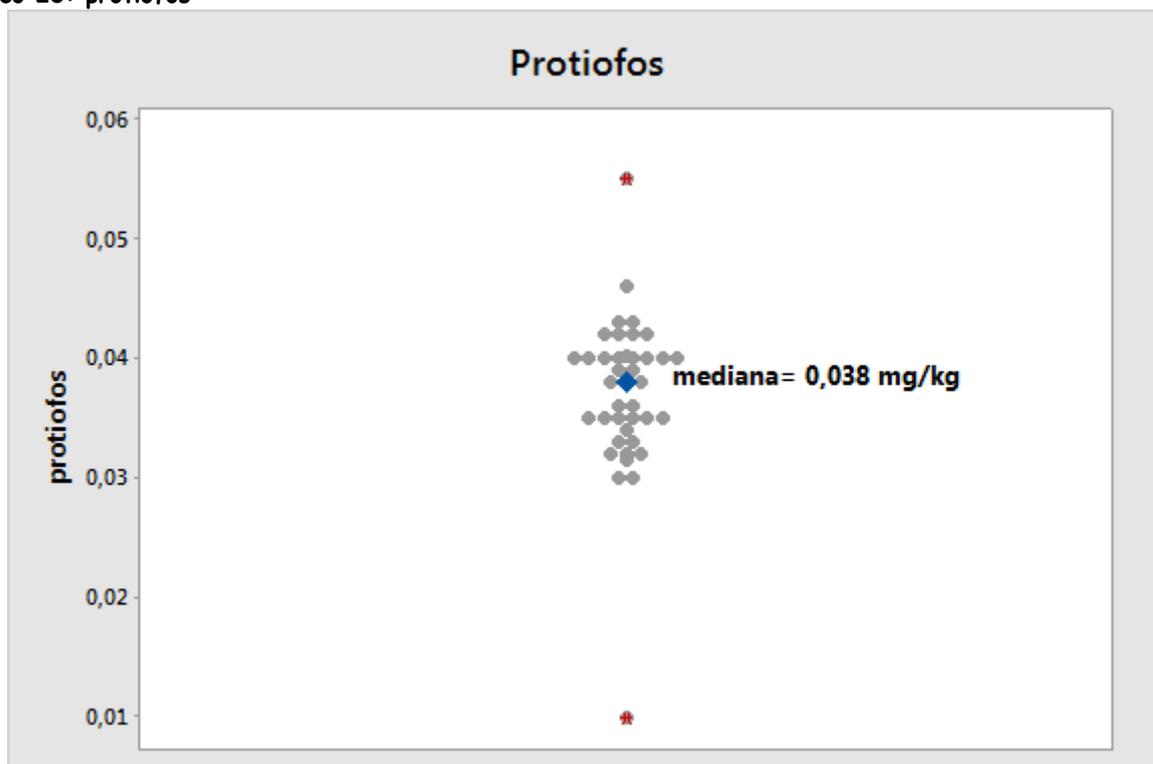
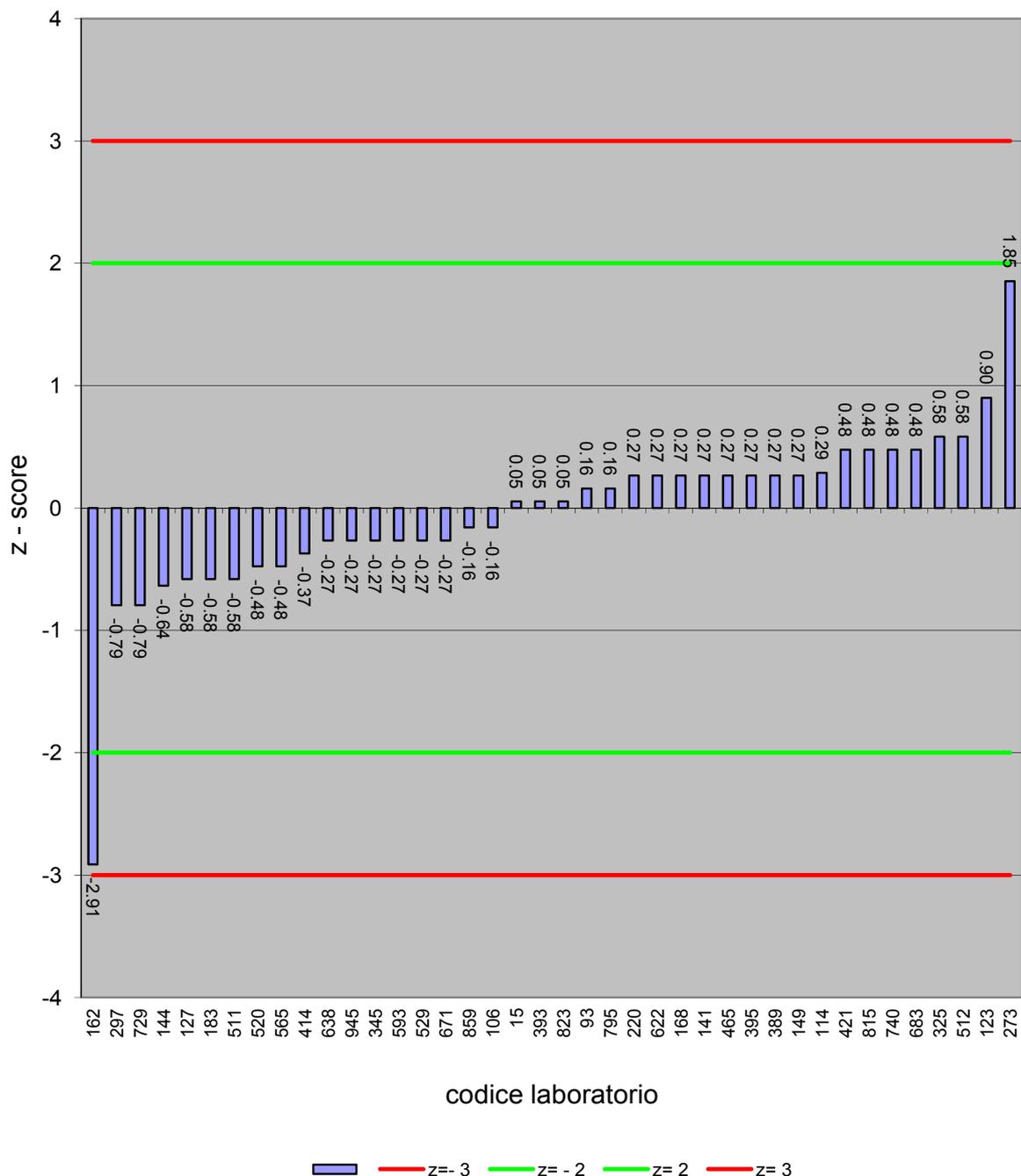


Grafico 21: protiofos- z'-score



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°	%
<b>etion</b>	42	41	98	0	0	1	2
<b>fenexamide</b>	43	41	95	0	0	2	5
<b>paclobutrazolo</b>	39	36	92	3	8	0	0
<b>procloraz</b>	42	41	98	1	2	0	0
<b>protiofos</b>	40	39	98	0	0	0	0

**Tabella 20: riassunto giudizi**

<i>Riassunto dei giudizi</i>	<i>AZ<sup>2</sup></i>	
	n° lab	% lab
Soddisfacente	<b>40</b>	<b>88.9</b>
Discutibile	<b>1</b>	<b>2.2</b>
Non soddisfacente	<b>4</b>	<b>8.9</b>
<i>Totale laboratori</i>	45	100.0

Tabella 21: AZ<sup>2</sup>

Laboratorio	m	etion	fenexamide	paclobutrazolo	procloraz	protiofos	AZ <sup>2</sup>	Valutazione
15	5	-1.075	-0.829	-0.348	-0.409	0.053	0.43	Soddisf
93	5	0.245	0.679	0.533	-0.05	0.159	0.17	Soddisf
106	5	0.34	-0.194	-2.992	-0.377	-0.159	1.85	Soddisf
<b>114</b>	<b>5</b>	<b>0.142</b>	<b>-0.081</b>	<b>-0.02</b>	<b>0.497</b>	<b>0.286</b>	<b>0.07</b>	<b>Soddisf</b>
123	5	0.057	0.206	-0.138	-0.638	0.9	0.26	Soddisf
127	5	-0.604	-0.275	0.17	-0.159	-0.582	0.17	Soddisf
141	5	0.434	0.253	-0.207	-0.007	0.265	0.07	Soddisf
144	5	-0.302	-0.376	-0.12	-0.137	-0.635	0.13	Soddisf
149	5	0.245	-0.011	-0.12	-0.159	0.265	0.03	Soddisf
162	5	0.245	-0.173	-0.102	-0.268	-2.912	24.17	Non Soddisf
168	5	0.34	0.07	-0.011	-0.028	0.265	0.04	Soddisf
183	5	-0.887	-1.318	-0.533	-0.311	-0.582	0.65	Soddisf
207	0							
220	5	-0.226	-0.944	-0.011	0.385	0.265	0.23	Soddisf
251	4	0.528	-0.114	2.922	-0.464		2.26	Discut
273	3	3.547			0.168	1.853	5.35	Non Soddisf
297	5	-0.415	-0.001	0.137	0.57	-0.794	0.23	Soddisf
313	0							
325	5	-0.509	-0.165	-0.022	-0.333	0.582	0.15	Soddisf
338	2		3.722		1.147		7.58	Non Soddisf
345	5	0.245	0.456	0.75	0.276	-0.265	0.20	Soddisf
389	5	-0.038	-0.173	-0.084	-0.377	0.265	0.05	Soddisf
393	5	1.472	-0.153	-0.193	2.453	0.053	1.65	Soddisf
395	5	0.245	0.07	0.424	1.147	0.265	0.33	Soddisf
414	5	-0.132	-0.185	-0.106	0.494	-0.371	0.09	Soddisf
421	4	-0.132	-0.072	-0.156		0.477	0.07	Soddisf
465	5	-0.226	-0.133	-0.374	0.385	0.265	0.09	Soddisf
499	2		5.00		-0.377		13.57	Non Soddisf
511	3	-0.981			-0.485	-0.582	0.51	Soddisf
512	5	0.245	-0.234	-0.193	-0.485	0.582	0.15	Soddisf
520	5	-0.321	-0.258	0.163	-0.431	-0.477	0.12	Soddisf
529	5	0.057	0.577	0.351	0.603	-0.265	0.18	Soddisf
565	5	-0.226	-0.234	0.025	-0.344	-0.477	0.09	Soddisf
593	5	-0.132	-0.153	-0.272	-1.138	-0.265	0.30	Soddisf
622	5	0.717	0.233	0.17	1.256	0.265	0.45	Soddisf
638	5	-0.038	0.918	0.852	0.842	-0.265	0.47	Soddisf
671	5	-0.038	0.557	0.17	0.353	-0.265	0.11	Soddisf
683	5	1.094	0.009	-0.41	0.603	0.477	0.39	Soddisf
703	1		0.679				0.46	Soddisf
729	5	-0.792	-0.336	-0.374	-0.703	-0.794	0.40	Soddisf
740	5	-0.509	-0.317	0.061	-0.638	0.477	0.20	Soddisf
795	5	0.528	0.2	0.797	0.004	0.159	0.20	Soddisf
815	5	0.717	-0.342	0.156	-0.812	0.477	0.31	Soddisf
823	5	-0.132	0.577	2.273	1.027	0.053	1.31	Soddisf
859	5	1.094	-0.295	-0.352	-0.007	-0.159	0.29	Soddisf
896	2	-0.415	0.577				0.25	Soddisf
945	5	-0.226	-0.133	-0.374	-1.029	-0.265	0.27	Soddisf



16. Errori Quali-Quantitativi

Tabella 22: Falsi positivi

Codice laboratorio	Principio attivo	concentrazione
	Acefate	0.01
	Acetamiprid	0.01
	Acrinatrina	0.01
	Aldicarb	0.01
	Azinfos metile	0.01
	Azoxistrobin	0.01
	Benalaxil (somma di isomeri)	0.01
	Boscalid	0.01
	Bromopropilato	0.01
	Bromuconazolo	0.01
	Bupirimate	0.01
	Buprofezin	0.01
	Cadusafos	0.01
	Carbaril	0.01
	Carbendazim e benomil (somma di benomil e carbendazim espressa in carbendazim)	0.01
	Cimoxanil	0.01
	Cipermetrina (somma degli isomeri)	0.01
	Ciproconazolo	0.01
	Ciprodinil	0.01
	Clofentezine	0.01
	Clorfenvinfos	0.01
	Clorpirifos E	0.01
	Clorpirifos M	0.01
	Clorprofam	0.01
	Clortalonil	0.01
	Deltametrina	0.01
	Diazinone	0.01
	Dicloran	0.01
	Diclorvos	0.01
	Dicofol	0.01
	Difenoconazolo	0.01
	Diffubenzuron	0.01
	Dimetoato	0.01
	Dimetomorf	0.01
	Diniconazolo	0.01
	EPN	0.01
	Eposiconazolo	0.01
	Esaconazolo	0.01
	Esaflumuron	0.01
	Etiofencarb	0.01
	Etirimol	0.01
	Etofenprox	0.01
	Etoprofos	0.01
	Fenarimol	0.01
	Fenazaquin	0.01
	Fenbuconazolo	0.01
	Fenitrothion	0.01
	Fenoxicarb	0.01
	Fenpirossimato	0.01
	Fenpropatrin	0.01
	Fenpropidin	0.01
	Fenpropimorf	0.01
	Fention	0.01
	Fentoato	0.01
	Fipronil	0.01
	Fluazinam	0.01
	Fludioxonil	0.01
	Flufenoxuron	0.01
	Fluquinconazolo	0.01
	Flusilazolo	0.01
	Formotion	0.01
	Fosalone	0.01
	Fosmet	0.01
	Foxim	0.01
	Exitiazox	0.01
	Imazalil	0.01
	Imidacloprid	0.01
	Indoxacarb	0.01
	Iprodione	0.01

162

Codice laboratorio	Principio attivo	concentrazione
	Iprovalicarb	0.01
	Isoprocarb	0.01
	Linuron	0.01
	Lufenuron	0.01
	Malation	0.01
	Malaoxon	0.01
	Mandipropamide	0.01
	Mepanipirim	0.01
	Metalaxyl e metalaxyl-M	0.01
	Metamidofos	0.01
	Metidation	0.01
	Metiocarb	0.01
	Metossifenzide	0.01
	Miclobutanil	0.01
	Monocrofos	0.01
	Ometoato	0.01
	Oxadixil	0.01
	Oxamil	0.01
	Paration etile	0.01
	Paration metile	0.01
	Paraoxon metile	0.01
	Penconazolo	0.01
	Pendimetalin	0.01
	Permetrina	0.01
	Pimetrozine	0.01
	Piraclostrobin	0.01
	Piridaben	0.01
	Pirimetanil	0.01
	Pirimicarb	0.01
	Pirimifos etile	0.01
	Pirimifos metile	0.01
	Piriproxifen	0.01
	Procimidone	0.01
	Profenofos	0.01
	Promecarb	0.01
	Propaclor	0.01
	Propamocarb	0.01
	Propargite	0.01
	Propiconazolo	0.01
	Propoxur	0.01
	Prosulfocarb	0.01
	Proticonazolo (Proticonazolo destio(somma di isomeri))	0.01
	Quinoxifen	0.01
	Rotenone	0.01
	Spinosad (somma di spinosyn A e spinosyn D, espressa in spinosad)	0.01
	Spirodiclofen	0.01
	Spiromesifen	0.01
	Spiroxamina	0.01
	Tebuconazolo	0.01
	Tebufenozide	0.01
	Tebufenpirad	0.01
	Teflubenzuron	0.01
	Teflutrin	0.01
	Tetraconazolo	0.01
	Tetradifon	0.01
	Tetrametrina	0.01
	Tiabendazolo	0.01
	Tiacloprid	0.01
	Tiametoxam	0.01
	Tiodicarb	0.01
	Tolclofos M	0.01
	Tolilfluamide	0.01
	Triazofos	0.01
	Trifloxistrobin	0.01
	Triflumuron	0.01
	Trifluralin	0.01

162

### 17. Confronto con altri test

La matrice "kiwi" 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 <sup>2</sup> soddisf.	
		n°		
1TF-1998	actinidie	28	20	71
1TF-1999	actinidie	31	16	52
2S01	actinidie	48	35	73
1S03	actinidie	57	39	68
1S05	actinidie	49	33	72
1S07	actinidie	54	37	71
1S09	actinidie	53	44	86
1S10	actinidie	51	36	77
1S12	actinidie	52	45	87
1S13	actinidie	48	45	94
2S14	actinidie	48	45	94
1S15	actinidie	51	46	92
2S15	actinidie	46	43	96
2S20	actinidie	45	38	85

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					
2002 - 2TF	fragola		Fenexamide				
1S03	kiwi		Fenexamide				
1S06	pere		Fenexamide				
1S12	kiwi		Fenexamide				
1S14	cocomeri					Procloraz	
2S20	kiwi	Etion	Fenexamide	Metribuzin	Paclobutrazolo	Procloraz	Protiofos

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**

<i><b>Codice Test</b></i>	<i><b>Parametri</b></i>				
	Etion	Fenexamide	Paclobutrazolo	Procloraz	Protiofos
2002 - 2TF		86			
1S03		93			
1S06		87			
1S12		92			
1S14				98	
2S20	98	95	92	98	98

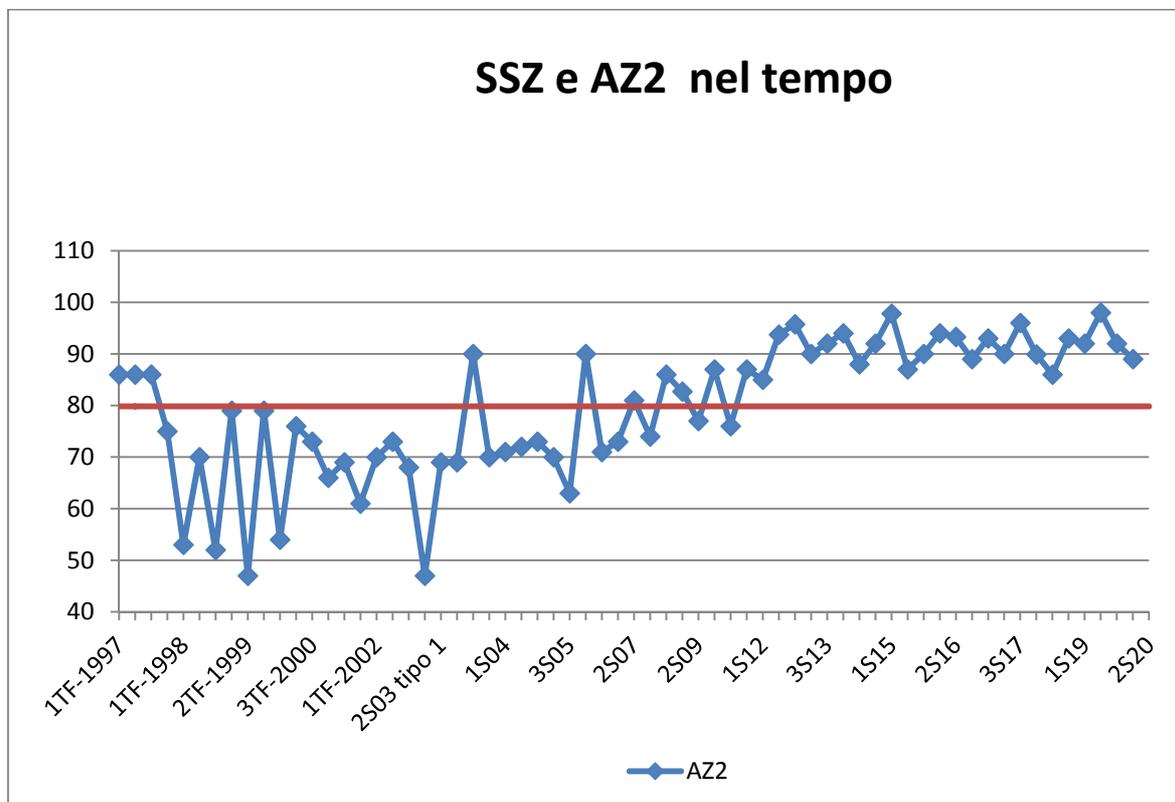
Tabella 26: dettaglio risultati SSZ e AZ<sup>2</sup>

codice test	matrice	Lab. partecipanti	Lab con SSZ o AZ <sup>2</sup> 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
2S20	kiwi(xvii)	45	40	89

(\*) : 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. tolilfluanide  
(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. fenitrotion  
(xiii) : con l'esclusione dei parametri fenamifos e tolilfluanide  
(xiv) : con l'esclusione del parametro pimetrozine  
(xv) : con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. carbaril  
(xvi) : con l'esclusione del parametro dimetomorf  
(xvii) : con l'esclusione del parametro metribuzin

Grafico 23: risultati nel tempo SSZ e AZ<sup>2</sup>



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 AZ<sup>2</sup>.

## 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 dellanormalSO 13528:2015: *"Statistical methods for use in proficiencytestingbyinterlaboratorycomparisons"*.

#### 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

$\sigma_{om}$  = 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.

$\sigma_{PT}$  = 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.

$$u_{(x_{PT})} = 0.25 \times \frac{S^*}{\sqrt{n}}$$

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:

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

**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

$\sigma$ : 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 A<sup>2</sup>:** 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 <sup>2</sup>	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.

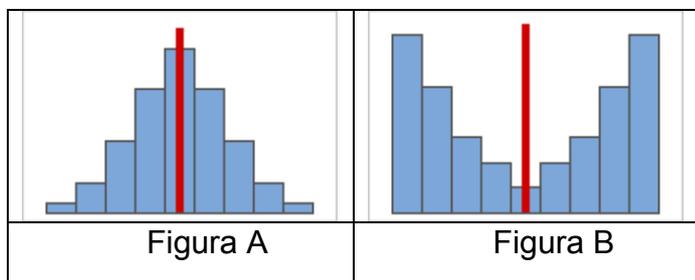
i rappresenta l'iesimo campione

<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.

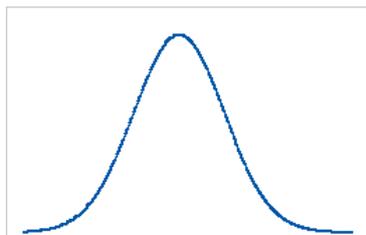


figura A

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.

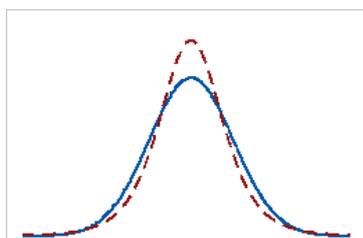


figura B

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.

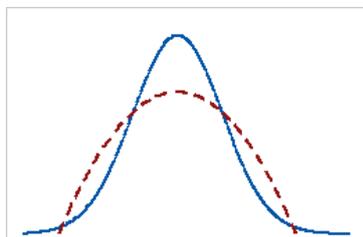


figura C

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](mailto: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 <sub>3</sub> )	<input type="checkbox"/>		

**MODULO PER PRESENTARE APPELLI/RECLAMI**

**Denominazione del laboratorio partecipante** .....

**Codice identificativo del laboratorio partecipante** .....

**Codice/Matrice del proficiency test** .....

**APPELLO**

**Valutazione delle prestazioni** *(dimostrazione oggettiva)*

**Errori sul report finale**

**RECLAMO**

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

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

fine rapporto

---