

PT Fitofarmaci: 2a sessione test prodotti fitosanitari anno 2021

Natura della modifica: Correzione dei nomi delle sostanze attive nella tabella 5. Ridimensionamento dei grafici 10, 16, 19, 22		
Redazione	Alessandro Tieghi Diego Tamoni Erika Roncarati	atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it eroncarati@arpae.it
Coordinatore	Alessandro Tieghi	atieghi@arpae.it
Organizzatore	Stefano Forti	sforti@arpae.it

Documento 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	12
13. Valutazione adeguatezza del metodo	14
14. Errori grossolani ovvi.....	16
15. Errori Quali-Quantitativi	37
16. Confronto con altri test	38
17. Statistica	42
18. Appelli o Reclami.....	48
19. Oggetti residui	48
20. 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	12
Tabella 5: verifica omogeneità.....	12
Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità	13
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 ciflufenamide	17
Tabella 14: risultati clorpirifos etile	20
Tabella 15: risultati fenamidone.....	23
Tabella 16: risultati lufenuron	26
Tabella 17: risultati metrafenone	29
Tabella 18: risultati tebufenpirad	32
Tabella 19: rappresentazione risultati attraverso z-score.....	35
Tabella 20: riassunto giudizi	35
Tabella 21: AZ ²	36
Tabella 23: confronto parametri comuni	38
Tabella 24: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati.....	39
Tabella 25: dettaglio risultati SSZ e AZ ²	40

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	10
Grafico 3: Metodi di analisi	10
Grafico 4: confronto medie e incremento teorico	11
Grafico 5: ciflufenamide	18
Grafico 6: ciflufenamide	18
Grafico 7: ciflufenamide- z-score	19
Grafico 8: clorpirifos etile	21
Grafico 9: clorpirifos etile	21
Grafico 10: clorpirifos etile- z-score	22
Grafico11: fenamidone	24
Grafico12: fenamidone	24
Grafico 13: fenamidone-z-score	25
Grafico 14: lufenuron	27
Grafico 15: lufenuron	27
Grafico 16: lufenuron- z'-score	28
Grafico17: metrafenone	30
Grafico18: metrafenone	30
Grafico 19: metrafenone- z'-score	31
Grafico 20: tebufenpirad	33
Grafico 21: tebufenpirad	33
Grafico 22: tebufenpirad-z-score	34
Grafico 23: AZ ²	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.

ARPAE risulta accreditata come provider di proficiency test dal 25/09/2019, in conformità alla norma UNI CEI ISO/IEC 17043:2010, a cui è stato assegnato il codice PTP N°: 0020P.

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>	10/06/2021
<i>Data di consegna al corriere per la spedizione ai laboratori</i>	21/06/2021
<i>Corriere utilizzato</i>	Traser
<i>Campioni (incrementati e bianco) conservati con</i>	ghiaccio secco
<i>Numero campioni incrementati preparati</i>	76
<i>Numero campioni bianchi</i>	76
<i>Numero laboratori cui è stato inviato il test</i>	52
<i>Numero laboratori che hanno fornito risultati</i>	52 pari al 100%
<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>	Ciflufenamide, Clorpirifos etile, Fenamidone, Lufenuron, Metrafenone, Tebufenpirad
<i>Livello di concentrazione</i>	Tabella 9: valore assegnato della concentrazione

Nel mese di giugno 2021 è stato preparato il secondo test sui prodotti fitosanitari dell'anno 2021. Il test è stato inviato a 52 laboratori, di cui alla Tabella 2: elenco dei laboratori.

Tabella 2: elenco dei laboratori

ADESUD	ECOCONTROL SUD
AGRIBIOECO	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 REI
CADIR LAB	LAIMBURG
CAMPOVERDE	LIFEANALYTICS dr GIUSTO
CENTRO ANALISI BIOCHIMICHE DR VENTRE	LIFEANALYTICS Firenze S.R.L
CENTRO ANALISI DR G. VECCHIO	SYNLAB
CHELAB PO	MARINO
CHELAB TV	NUTROPLANT
CHEMISERVICE	PH
CHI.BI.LAB	REGIONE PIEMONTE
CHIMIA	SAMER c/o C.C.I.A.A. DI BA
CONSERVE ITALIA	SECURITY AND QUALITY
CONSORZIO GLOBAL QUALITY MOFLAB	SIALAB
D'ANIELLO	SICURAL
DELVIT CHIMICA	VASSANELLILAB
	WATER & LIFE

1. Riservatezza

Per l'intera durata dello schema 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 e' 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 17%. 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 2S21.

6. Preparazione degli standard

A partire dagli standards puri, nel rispetto dell' istruzione operativa I65003/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 Radwag XA82/2204Y 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 con i 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 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 2S21.

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 I65001/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 21/06/2021.

Ad ogni laboratorio sono stati consegnati un campione 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 2S21 Fitofarmaci è stata individuata come "dead line" il 16/07/2021.

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. 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. Al momento della dead line viene tolta la condivisione e la possibilità di modifica, e viene inviato via mail, ad singolo partecipante, il file in formato pdf del proprio Foglio di Google compilato.

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 tempoinore 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	52				
			< 24	15	29
ottimo	49	94	24	30	58
buono	3	6	48	6	11
scarso			72	0	0
			> 72	1	2
moduli	52	100	risultati	52	100

<i>METODI DI ANALISI</i>		
	<i>n°</i>	<i>%</i>
campioni inviati	52	
EN 15662:2018	47	90
Ripartizione liquido:liquido	0	0
Altro	5	10
moduli	52	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

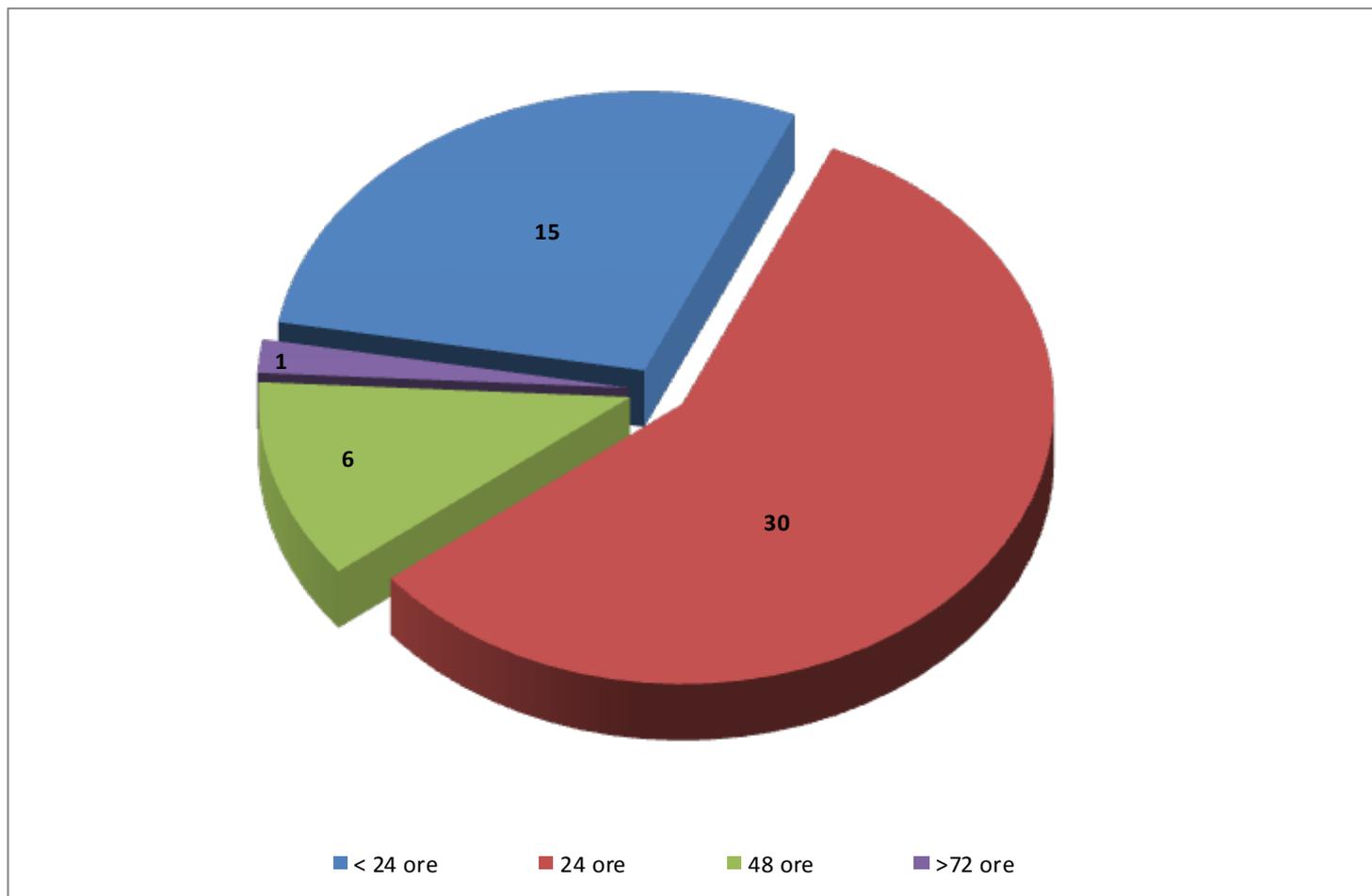


Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo

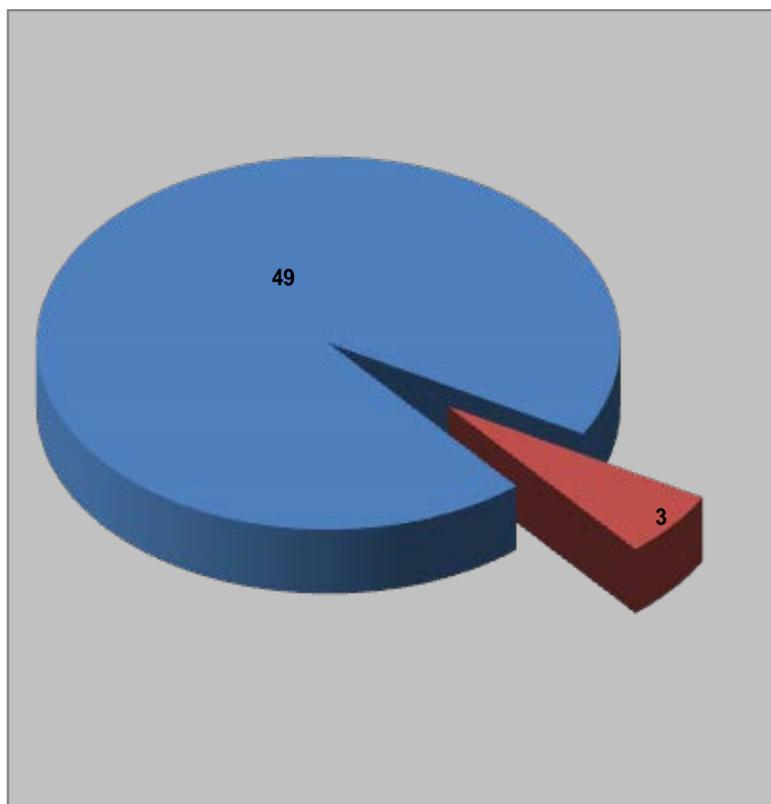


Grafico 3: Metodi di analisi

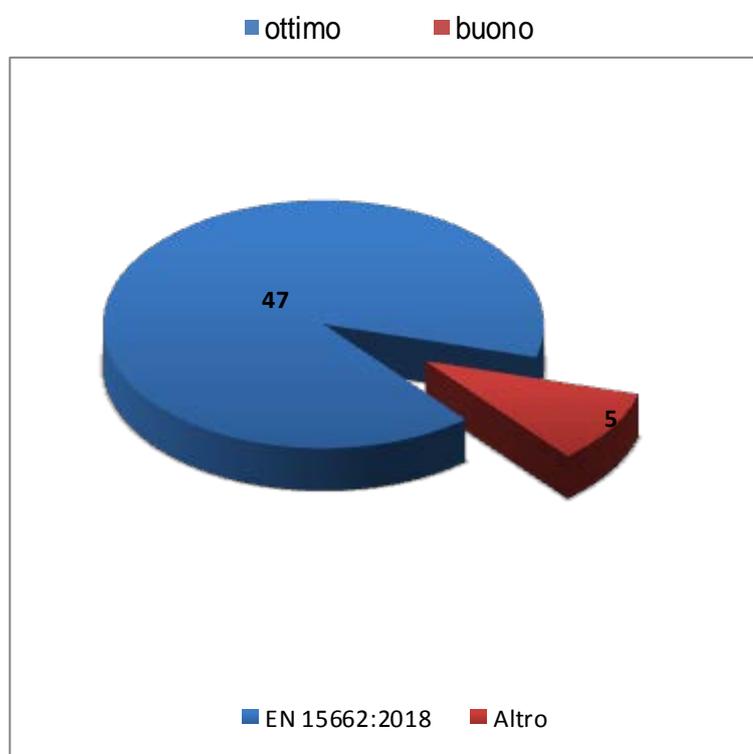
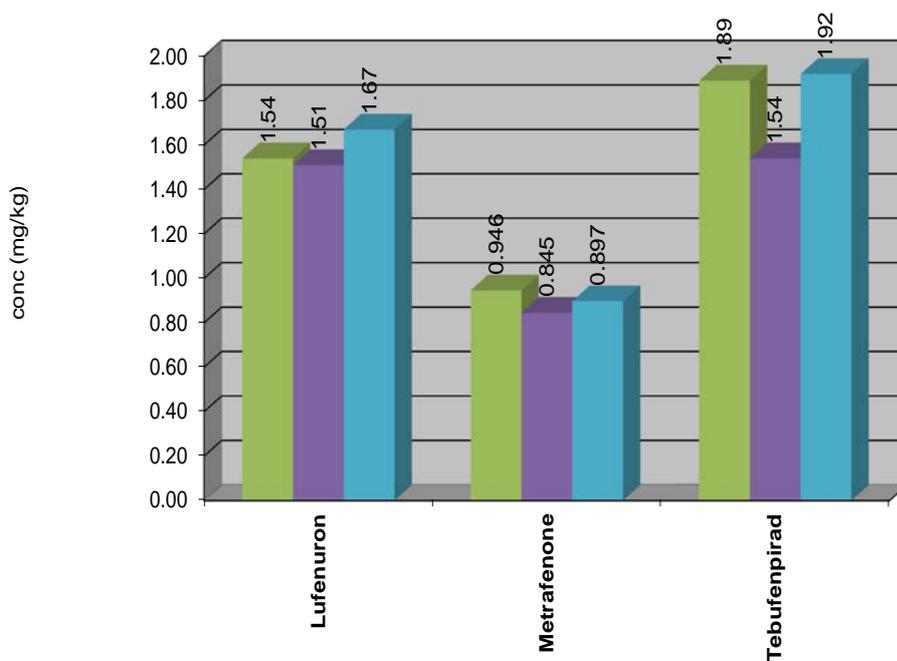
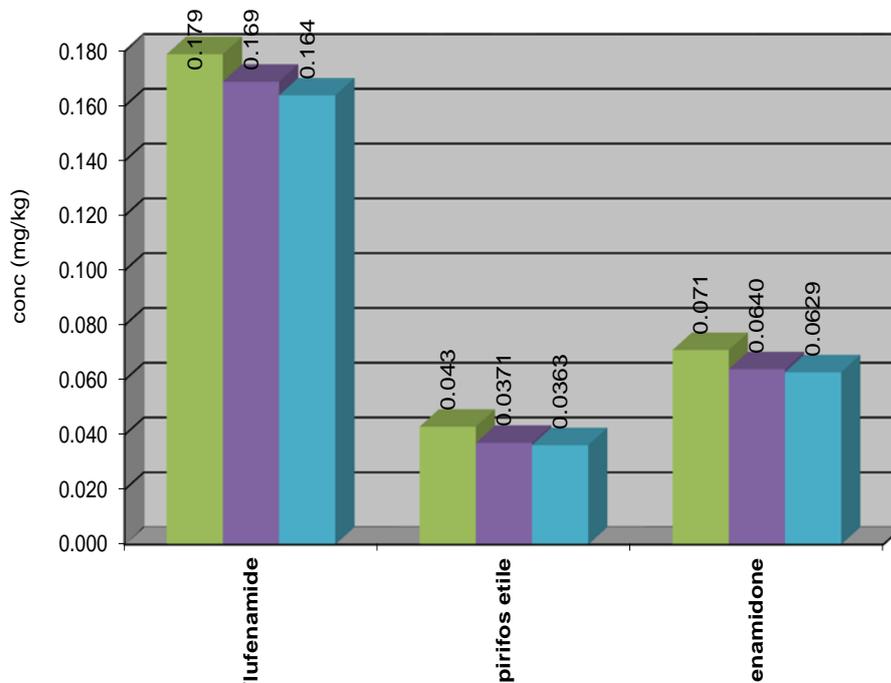


Grafico 4: confronto medie e incremento teorico



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.	ciflufenamide	clorpirifos etile	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	0.179	0.0430	0.0710	1.54	0.946	1.89
ripet. 1.1	0.150	0.0372	0.0642	1.64	0.848	1.82
ripet. 1.2	0.162	0.0354	0.0648	1.65	0.897	1.88
ripet. 1.3	0.167	0.0364	0.0638	1.64	0.880	1.86
ripet. 1.4	0.167	0.0357	0.0633	1.66	0.904	1.90
ripet. 1.5	0.169	0.0372	0.0645	1.61	0.921	1.95
ripet. 1.6	0.165	0.0375	0.0643	1.73	0.912	1.89
ripet. 1.7	0.165	0.0398	0.0638	1.87	1.035	2.26
ripet. 1.8	0.166	0.0377	0.0622	1.79	1.025	2.20
ripet. 1.9	0.156	0.0346	0.0621	1.73	0.925	2.05
ripet. 1.10	0.166	0.0369	0.0633	1.69	0.896	1.98
ripet. 2.1	0.162	0.0349	0.0619	1.66	0.879	1.92
ripet. 2.2	0.173	0.0390	0.0639	1.73	0.933	1.95
ripet. 2.3	0.167	0.0375	0.0623	1.64	0.885	1.94
ripet. 2.4	0.161	0.0380	0.0650	1.72	0.890	1.92
ripet. 2.5	0.165	0.0344	0.0637	1.55	0.877	1.86
ripet. 2.6	0.163	0.0348	0.0638	1.62	0.875	1.90
ripet. 2.7	0.164	0.0353	0.0612	1.58	0.841	1.83
ripet. 2.8	0.165	0.0302	0.0526	1.59	0.839	1.76
ripet. 2.9	0.163	0.0373	0.0644	1.61	0.845	1.77
ripet. 2.10	0.162	0.0360	0.0623	1.67	0.835	1.73

Tabella 5: verifica omogeneità

Descrizione s.a.	ciflufenamide	clorpirifos etile	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad
Media ARPAE (M_{arpae})	0.164	0.0363	0.0629	1.67	0.897	1.92
Mediana (m_{arpae})	0.165	0.0367	0.0638	1.65	0.888	1.90
num. misure (n)	20	20	20	20	20	20
gradi di libertà (gdl)	19	19	19	19	19	19
valore minimo (vm_{arpae})	0.150	0.0302	0.0526	1.55	0.835	1.73
valore massimo (VM_{arpae})	0.173	0.0398	0.0650	1.87	1.04	2.26
ds_{arpae}	0.00469	0.00206	0.00265	0.0755	0.0541	0.131
dev. std. media (Sm_{arpae})	0.00105	0.00046	0.000594	0.0169	0.0121	0.0294
Varianza	2.20E-05	4.23E-06	7.05E-06	5.70E-03	2.93E-03	1.73E-02
Giustizia (Giu_{arpae})	-0.0151	-0.0067	-0.0081	0.1314	-0.0489	0.0281

Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

Descrizione s.a.	ciflufenamide	clorpirifos etile	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad
S_w	0.00440	0.00249	0.00242	0.0908	0.0664	0.166
S_s	0.00181	0.00E+00	0.00109	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
σ_{omo}	0.0246	0.00544	0.00943	0.250	0.135	0.288
Valore di controllo $0.3 \sigma_{omo}$	0.00738	0.00163	0.00283	0.0751	0.0404	0.0863
$S_s \leq 0.3 \sigma_{omo}$	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
ciflufenamide	0.165	0.162	0.164	0.162	0.161	0.1615	0.0021	0.0423	Pass
clorpirifos etile	0.0257	0.0258	0.026	0.0256	0.0250	0.025	0.0004	0.0093	Pass
fenamidone	0.0614	0.0627	0.062	0.0618	0.0620	0.062	0.0001	0.0160	Pass
lufenuron	1.20	1.19	1.195	1.17	1.20	1.183	0.011	0.378	Pass
metrafenone	0.641	0.644	0.642	0.635	0.635	0.635	0.008	0.211	Pass
tebufenpirad	1.28	1.28	1.28	1.28	1.27	1.277	0.006	0.385	Pass

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 3	(M3-M1)	σ	giudizio
ciflufenamide	0.165	0.162	0.164	0.159	0.163	0.161	0.0027	0.0423	Pass
clorpirifos etile	0.0257	0.0258	0.026	0.0236	0.0244	0.0240	0.0017	0.0093	Pass
fenamidone	0.0614	0.0627	0.062	0.0613	0.0608	0.0611	0.001	0.0160	Pass
lufenuron	1.20	1.19	1.20	1.14	1.21	1.17	0.020	0.378	Pass
metrafenone	0.641	0.644	0.642	0.626	0.634	0.630	0.012	0.211	Pass
tebufenpirad	1.28	1.28	1.28	1.25	1.27	1.26	0.021	0.385	Pass

Nota: giorno1 = giorno della spedizione

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

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 è 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 più delle seguenti condizioni: omogeneità, stabilità, relazione fra σ_{PT} ed incertezza $u_{(xPT)}$.

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

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

<i>parametri</i>	<i>media robusta (mg/kg)</i>	Std dev 25%	$u_{(xPT)}$	$u_{(xPT)} > 0.3\sigma_{PT}$	metodo di valutazione
ciflufenamide	0.169	0.042	0.0030	no	Z-score
clorpirifos etile	0.0371	0.0093	0.0008	no	Z-score
fenamidone	0.0640	0.016	0.0013	no	Z-score
lufenuron	1.51	0.38	0.037	no	Z-score
metrafenone	0.845	0.21	0.019	no	Z-score
tebufenpirad	1.54	0.38	0.044	no	Z-score

13. Valutazione adeguatezza del metodo

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

$$\frac{S_{rval\ ARPAE}}{\sigma_{PT}} < 0.5$$

dove:

$S_{rval\ ARPAE}$: 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>media robusta (mg/kg)</i>	$S_{rval\ ARPAE}$	$\frac{S_{rval\ ARPAE}}{\sigma_{PT}} < 0.5$	Valutazione
ciflufenamide	0.169	0.00206	0.0503	sì
clorpirifos etile	0.0371	0.00156	0.172	sì
fenamidone	0.0640	0.00256	0.163	sì
lufenuron	1.51	0.00782	0.0187	sì
metrafenone	0.845	0.00167	0.0074	sì
tebufenpirad	1.54	0.00491	0.0102	sì

Tabella 11: risultati dai laboratori

Descrizione p.a.	ciflufenamide	clorpirifos etile	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad
13	0.19	0.048	0.065	1.43	ND	1.84
40	0.169	0.036	0.068	1.55	0.82	1.3
65	0.16	0.03	0.075	1.25	0.78	1.19
66	0.163	0.04	0.064	1.48	0.764	1.4
68	0.199	0.04	0.058	1.6	0.937	1.63
123	0.158	0.034	0.058	1.301	0.761	1.409
141	0.197	0.0389	0.0673	1.85	1.05	1.91
143	0.165	0.038	0.065	1.32	0.764	1.05
145	0.143	0.031	0.069	1.357	0.723	1.209
183	0.165	0.046	0.062	1.593	0.886	1.727
199	0.14	0.037	0.055	1.4	0.75	1.35
221	0.171	0.035	0.062	1.597	0.845	1.565
234	0.167	ND	0.059	1.251	0.741	1.095
253	ND	0.05	0.08	ND	ND	1.67
260	0.11	0.016	0.025	ND	0.322	0.74
281	0.164	0.038	0.058	1.408	0.848	1.571
283	0.15	0.036	0.058	1.61	0.86	1.54
288	0.152	0.043	0.065	1.234	0.76	1.582
304	0.1446	0.0322	0.0613	1.3076	0.7554	1.471
306	0.173	0.04	0.083	1.825	ND	ND
327	0.162	0.024	0.048	1.08	0.628	1.202
335	0.178	0.041	0.072	1.713	0.947	1.91
352	0.143	0.036	0.055	1.220	ND	1.250
366	0.15	0.035	0.061	1.625	0.815	1.569
374	1.179	0.034	0.054	1.355	0.845	1.634
384	0.157	0.037	0.065	1.6	0.932	1.803
468	0.19	0.04	0.06	1.6	0.91	1.95
494	0.185	0.046	0.076	1.74	0.966	1.85
509	ND	0.03	ND	1.49	ND	1.68
547	0.178	0.042	0.061	1.442	0.849	1.592
562	0.168	0.033	0.065	1.1	0.75	1.378
573	0.17	0.036	0.08	1.6	0.9	1.35
591	0.21	0.046	0.068	1.6	NR	1.4
616	0.168	0.034	0.06	1.332	0.752	1.499
640	0.17	0.035	0.07	1.8	0.9	1.45
658	0.169	0.032	0.068	1.39	0.749	1.57
660	0.174	0.036	0.071	1.524	0.922	1.84
667	0.168	0.038	0.065	1.55	0.841	1.61
673	0.159	0.0400	0.0600	1.54	0.810	1.57
723	ND	0.042	0.073	1.71	ND	ND
800	0.16	0.04	0.063	1.55	0.86	1.65
804	0.175	0.029	0.056	1.312	0.928	1.537
880	0.17	0.034	0.06	1.35	0.82	1.28
888	0.165	0.034	0.061	1.5	0.9	1.5
890	0.18	0.038	0.065	1.6	0.8	1.6
916	0.18	0.04	0.053	1.8	1.0	2.2
934	0.18	ND	0.08	1.8	1	NR
942	0.21	0.046	0.085	ND	1.3	2.7
948	0.168	0.035	0.063	1.592	0.852	1.598
951	ND	0.039	0.062	1.27	ND	1.58
971	0.19	0.035	0.07	1.62	0.92	1.5
987	ND	0.038	ND	1.95	ND	1.45

14. Errori grossolani ovvi

Di seguito sono riportati i valori grossolani ovvi

Codice laboratorio	Parametro	Valore
352	Lufenuron	1220

Tabella 12: statistica risultati ricevuti dai laboratori

Statistica	ciflufenamide	clorpirifos etile	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad
Media Robusta	0.169	0.0371	0.0640	1.51	0.845	1.54
Mediana (m_{Lab})	0.168	0.0370	0.0635	1.55	0.845	1.57
num. misure (n)	47	50	50	49	43	49
gradi di libertà (gdl)	46	49	49	48	42	48
n° lab. con nr	0	0	0	0	1	1
n° lab. con nd	5	2	2	3	8	2
valore minimo (vm_{Lab})	0.110	0.016	0.025	1.080	0.322	0.740
valore massimo (VM_{Lab})	1.179	0.050	0.085	1220	1.3	2.7
ds robusta	0.0163	0.0047	0.0071	0.207	0.0979	0.249
Std dev 25%	0.0423	0.0093	0.0160	0.38	0.21	0.38
Incertezza ($u_{(XPT)}$)	0.0030	0.00080	0.00130	0.0373	0.0187	0.0444
dev. std. media (Sm_{Lab})	0.0217	0.00084	0.00138	24.9	0.0210	0.0437
Varianza	2.21E-02	3.54E-05	9.58E-05	3.03E+04	1.90E-02	9.38E-02
Giustizia (Giu_{Lab})	-0.0098	-0.006	-0.00678	-0.01805	-0.10129	-0.35000

Analisi statistica dei dati per parametro

Tabella 13: risultati ciflufenamide

codice laboratorio	ciflufenamide
13	0.19
40	0.169
65	0.16
66	0.163
68	0.199
123	0.158
141	0.197
143	0.165
145	0.143
183	0.165
199	0.14
221	0.171
234	0.167
253	ND
260	0.11
281	0.164
283	0.15
288	0.152
304	0.1446
306	0.173
327	0.162
335	0.178
352	0.143
366	0.15
374	1.179
384	0.157
468	0.19
494	0.185
509	ND
547	0.178
562	0.168
573	0.17
591	0.21
616	0.168
640	0.17
658	0.169
660	0.174
667	0.168
673	0.159
723	ND
800	0.16
804	0.175
880	0.17
888	0.165
890	0.18
916	0.18
934	0.18
942	0.21
948	0.168
951	ND
971	0.19
987	ND

Grafico 5: ciflufenamide

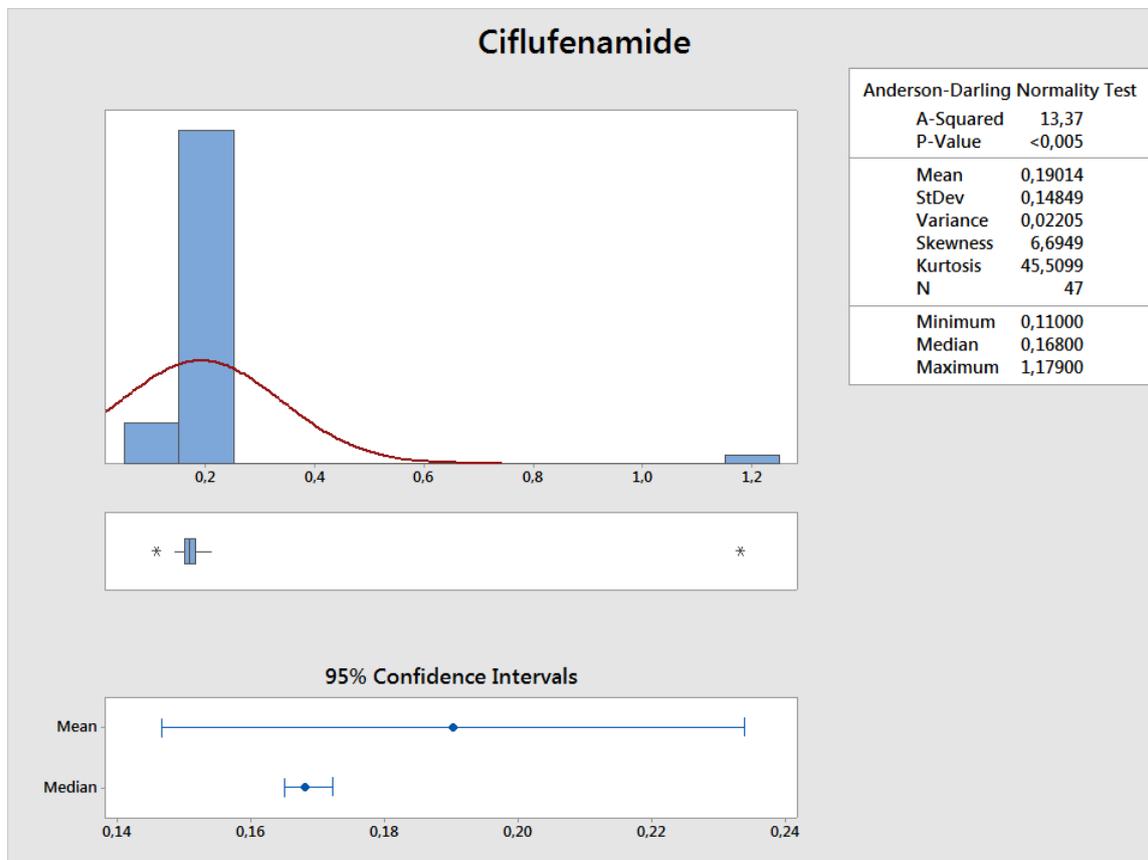


Grafico 6: ciflufenamide

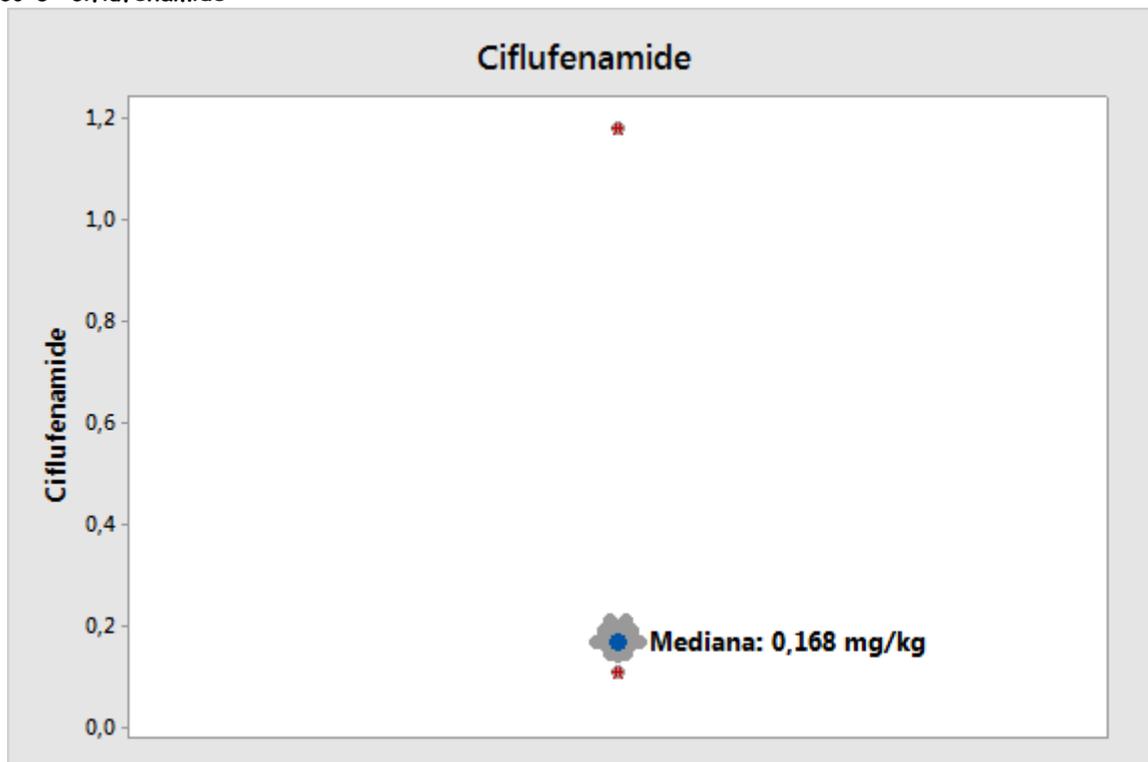


Grafico 7: ciflufenamide- z-score

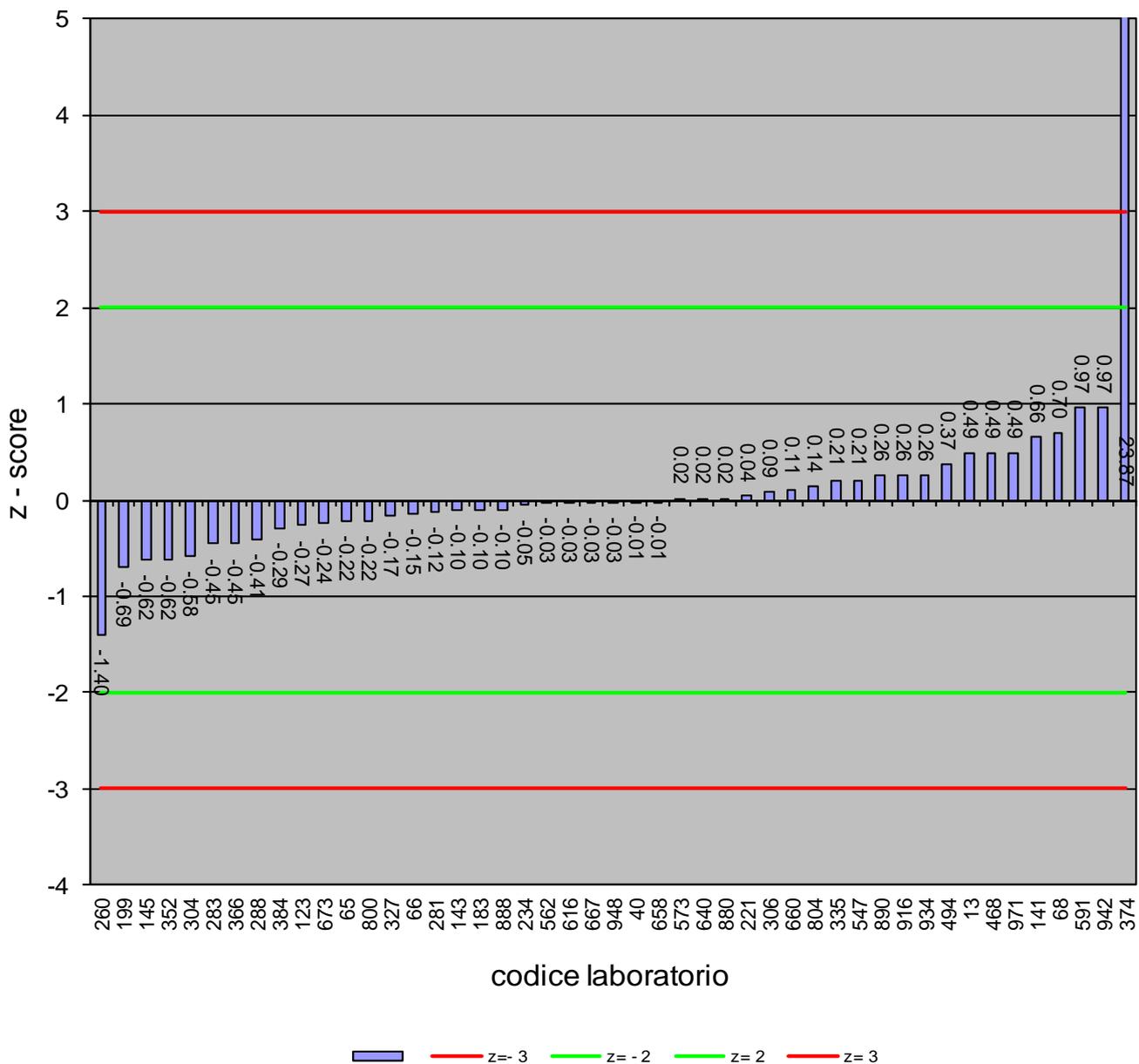


Tabella 14: risultati clorpirifos etile

codice laboratorio	clorpirifos etile
13	0.048
40	0.036
65	0.03
66	0.04
68	0.04
123	0.034
141	0.0389
143	0.038
145	0.031
183	0.046
199	0.037
221	0.035
234	ND
253	0.05
260	0.016
281	0.038
283	0.036
288	0.043
304	0.0322
306	0.04
327	0.024
335	0.041
352	0.036
366	0.035
374	0.034
384	0.037
468	0.04
494	0.046
509	0.03
547	0.042
562	0.033
573	0.036
591	0.046
616	0.034
640	0.035
658	0.032
660	0.036
667	0.038
673	0.0400
723	0.042
800	0.04
804	0.029
880	0.034
888	0.034
890	0.038
916	0.04
934	ND
942	0.046
948	0.035
951	0.039
971	0.035
987	0.038

Grafico 8: clorpirifos etile

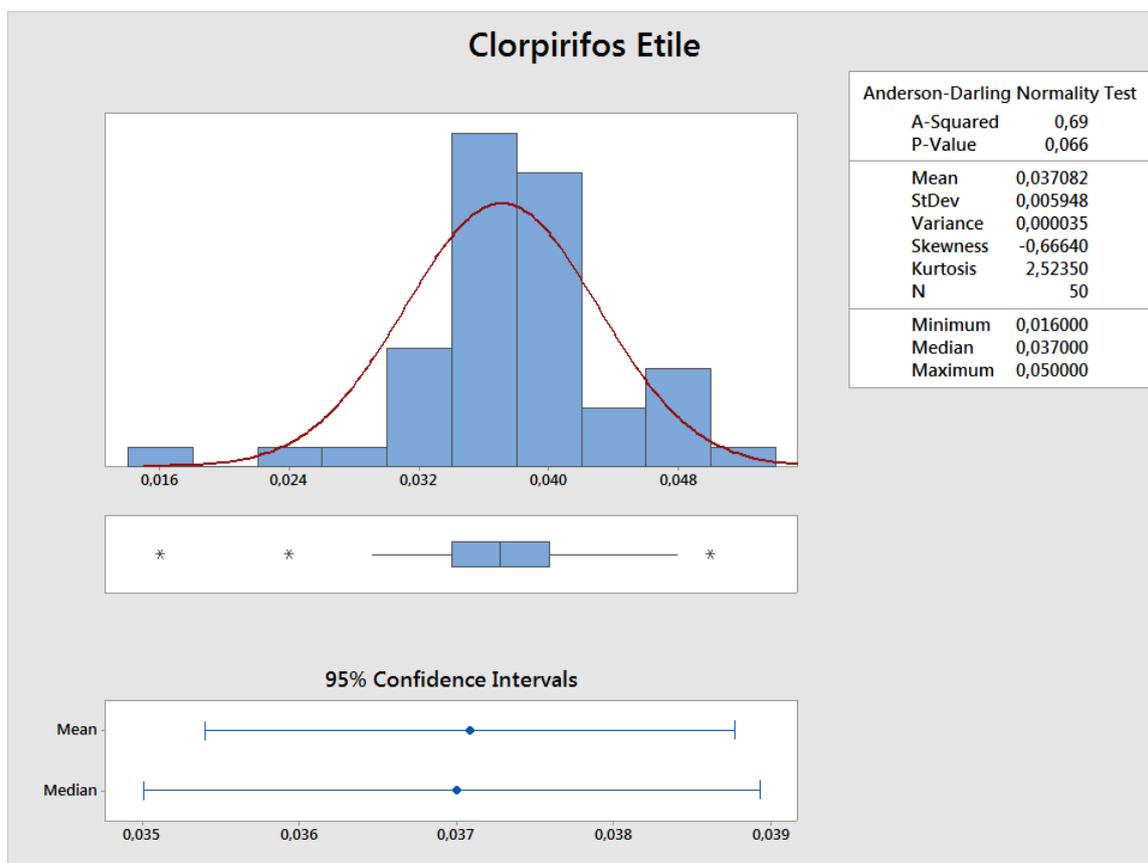


Grafico 9: clorpirifos etile

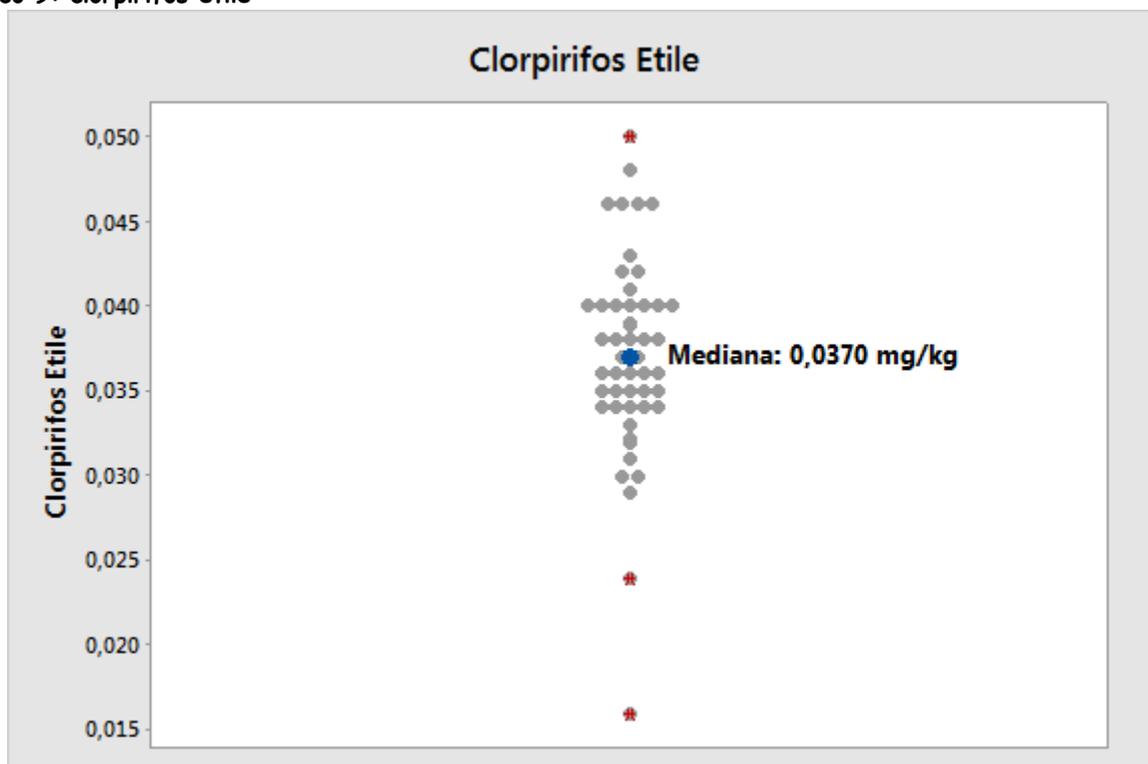


Grafico 10: clorpirifos etile- z-score

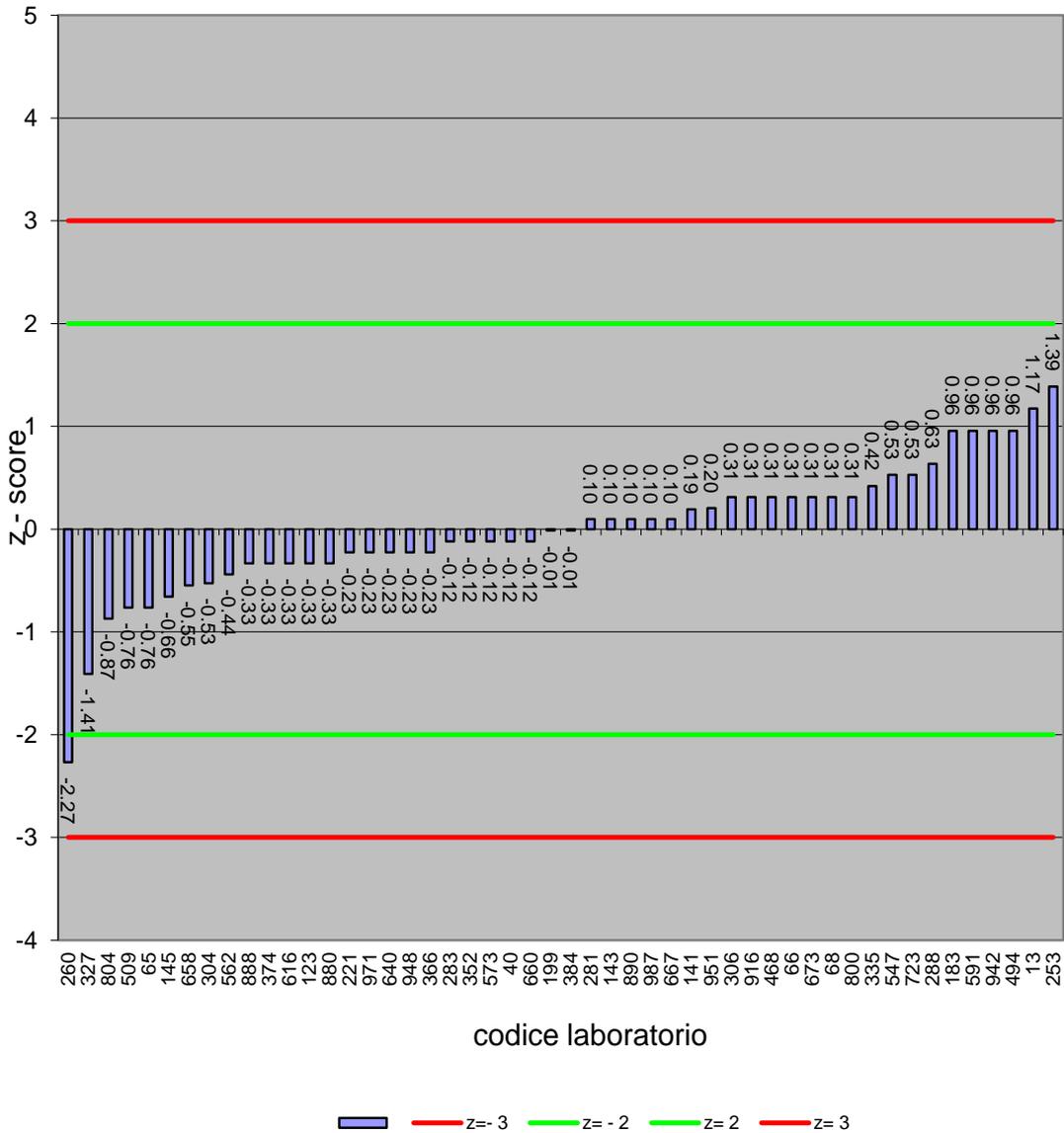


Tabella 15: risultati fenamidone

codice laboratorio	fenamidone
13	0.065
40	0.068
65	0.075
66	0.064
68	0.058
123	0.058
141	0.0673
143	0.065
145	0.069
183	0.062
199	0.055
221	0.062
234	0.059
253	0.08
260	0.025
281	0.058
283	0.058
288	0.065
304	0.0613
306	0.083
327	0.048
335	0.072
352	0.055
366	0.061
374	0.054
384	0.065
468	0.06
494	0.076
509	ND
547	0.061
562	0.065
573	0.08
591	0.068
616	0.06
640	0.07
658	0.068
660	0.071
667	0.065
673	0.0600
723	0.073
800	0.063
804	0.056
880	0.06
888	0.061
890	0.065
916	0.053
934	0.08
942	0.085
948	0.063
951	0.062
971	0.07
987	ND

Grafico11: fenamidone

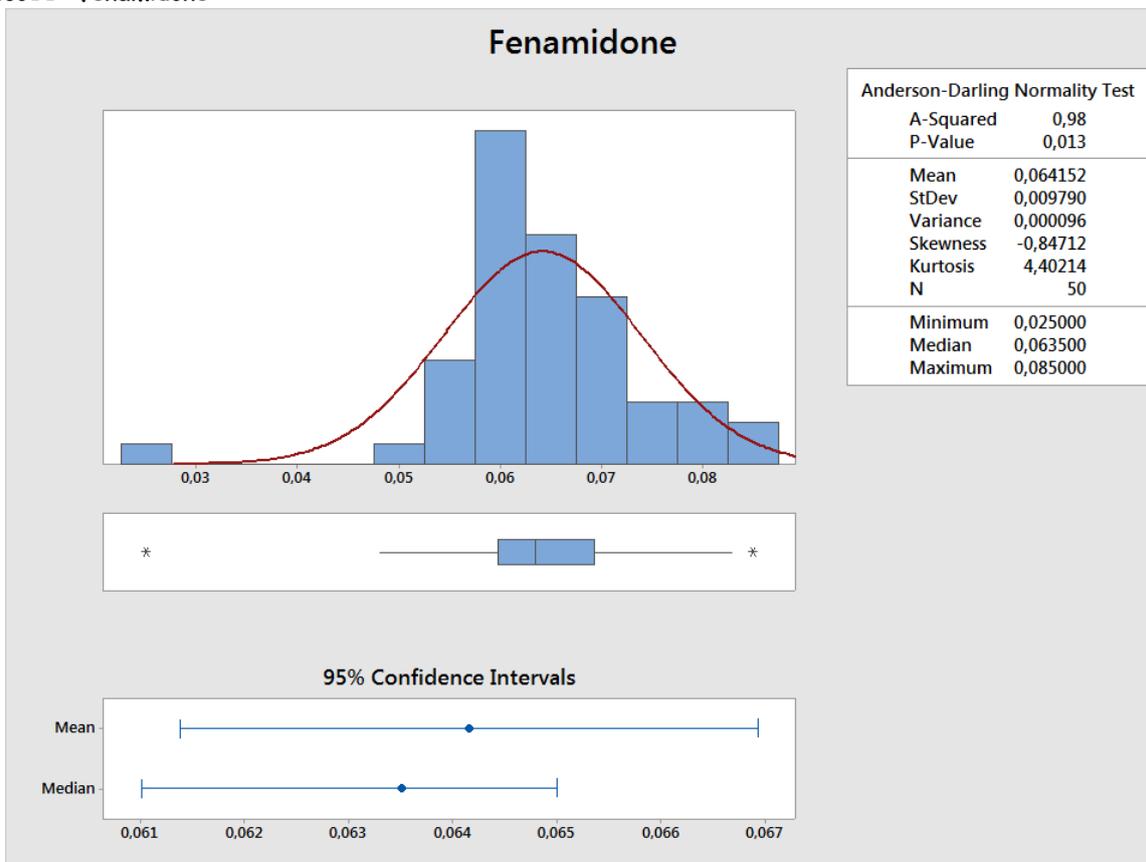


Grafico12: fenamidone

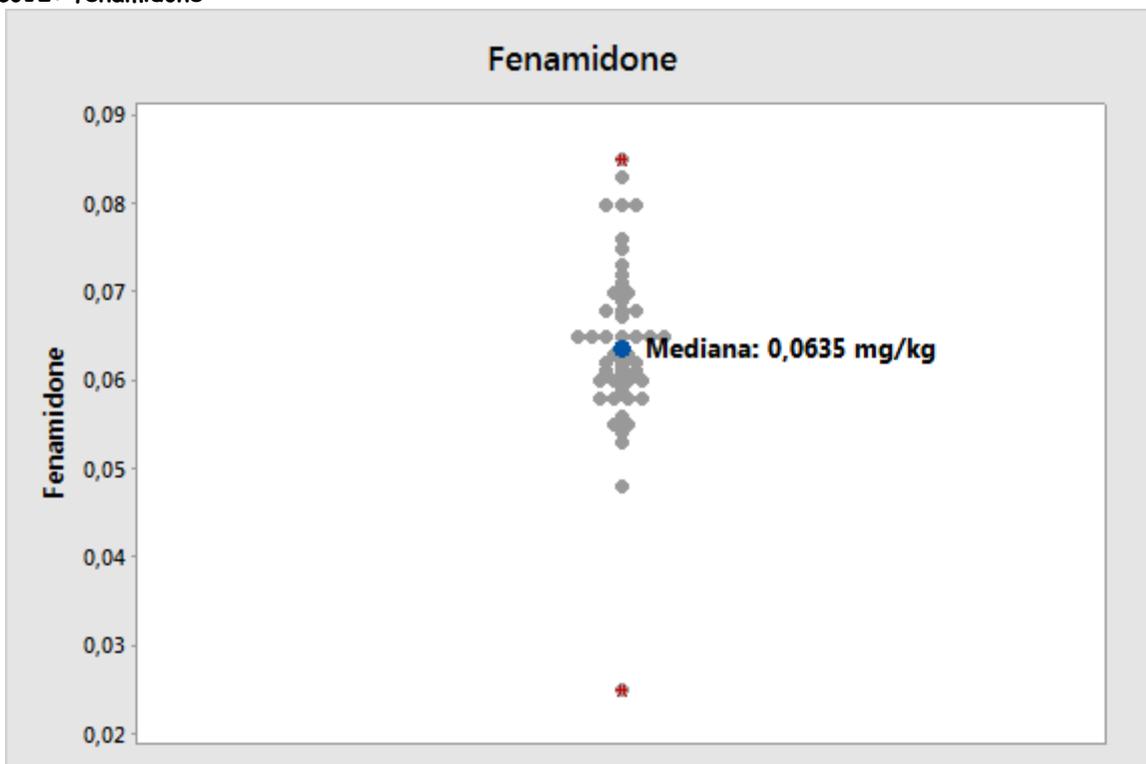


Grafico 13: fenamidone-z-score

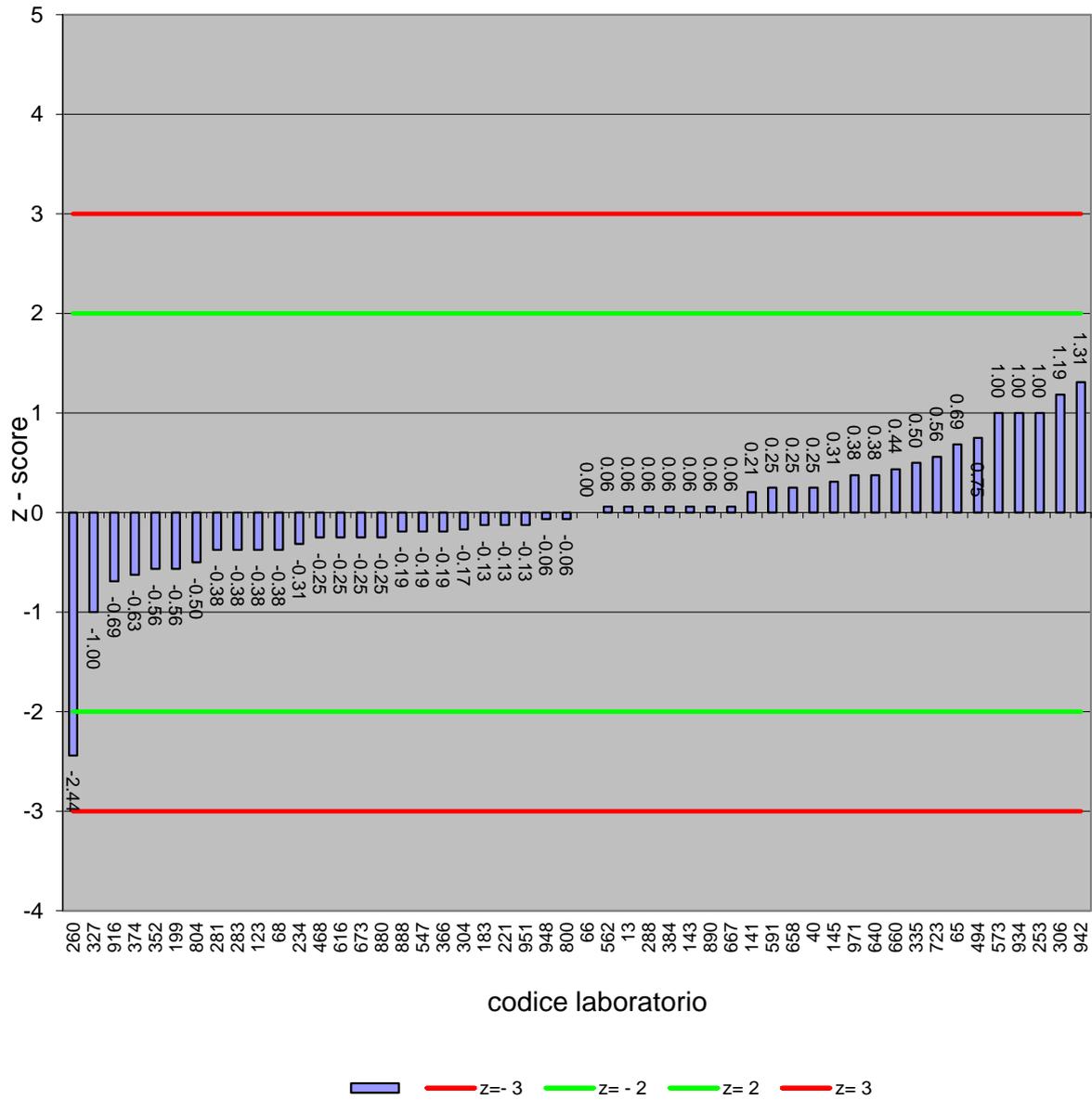


Tabella 16: risultati lufenuron

codice laboratorio	lufenuron
13	1.43
40	1.55
65	1.25
66	1.48
68	1.6
123	1.301
141	1.85
143	1.32
145	1.357
183	1.593
199	1.4
221	1.597
234	1.251
253	ND
260	ND
281	1.408
283	1.61
288	1.234
304	1.3076
306	1.825
327	1.08
335	1.713
352	1220
366	1.625
374	1.355
384	1.6
468	1.6
494	1.74
509	1.49
547	1.442
562	1.1
573	1.6
591	1.6
616	1.332
640	1.8
658	1.39
660	1.524
667	1.55
673	1.54
723	1.71
800	1.55
804	1.312
880	1.35
888	1.5
890	1.6
916	1.8
934	1.8
942	ND
948	1.592
951	1.27
971	1.62
987	1.95

Grafico 16: lufenuron- z'-score

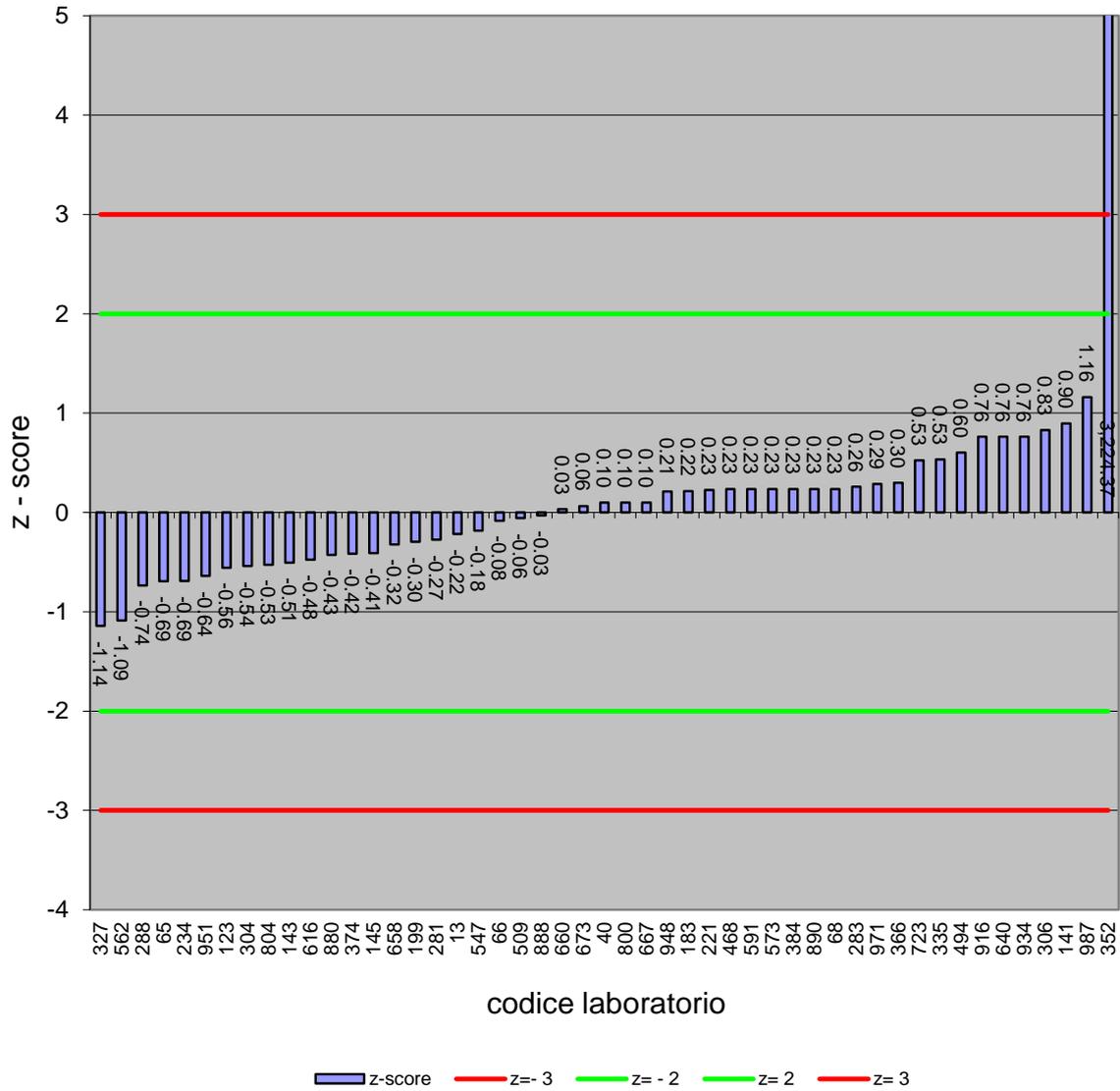


Tabella 17: risultati metrafenone

codice laboratorio	metrafenone
13	ND
40	0.82
65	0.78
66	0.764
68	0.937
123	0.761
141	1.05
143	0.764
145	0.723
183	0.886
199	0.75
221	0.845
234	0.741
253	ND
260	0.322
281	0.848
283	0.86
288	0.76
304	0.7554
306	ND
327	0.628
335	0.947
352	ND
366	0.815
374	0.845
384	0.932
468	0.91
494	0.966
509	ND
547	0.849
562	0.75
573	0.9
591	NR
616	0.752
640	0.9
658	0.749
660	0.922
667	0.841
673	0.810
723	ND
800	0.86
804	0.928
880	0.82
888	0.9
890	0.8
916	1.0
934	1
942	1.3
948	0.852
951	ND
971	0.92
987	ND

Grafico17: metrafenone

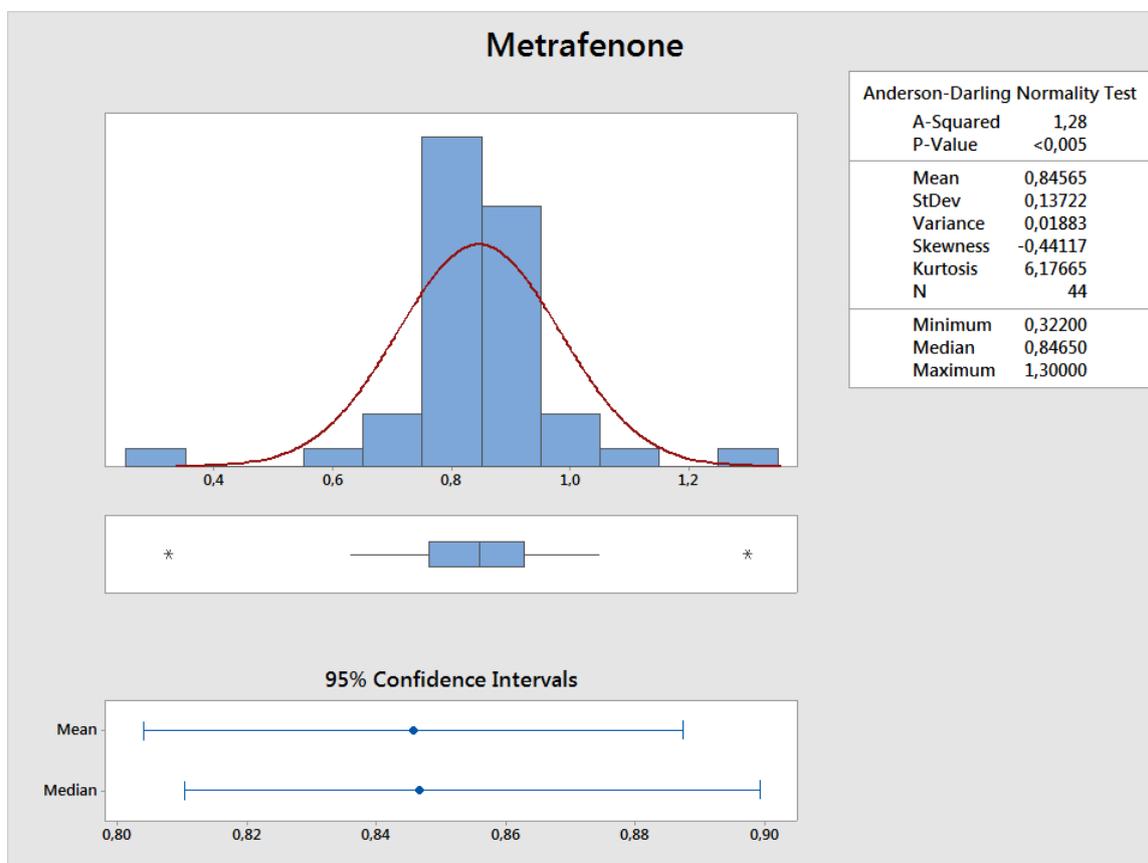


Grafico18: metrafenone

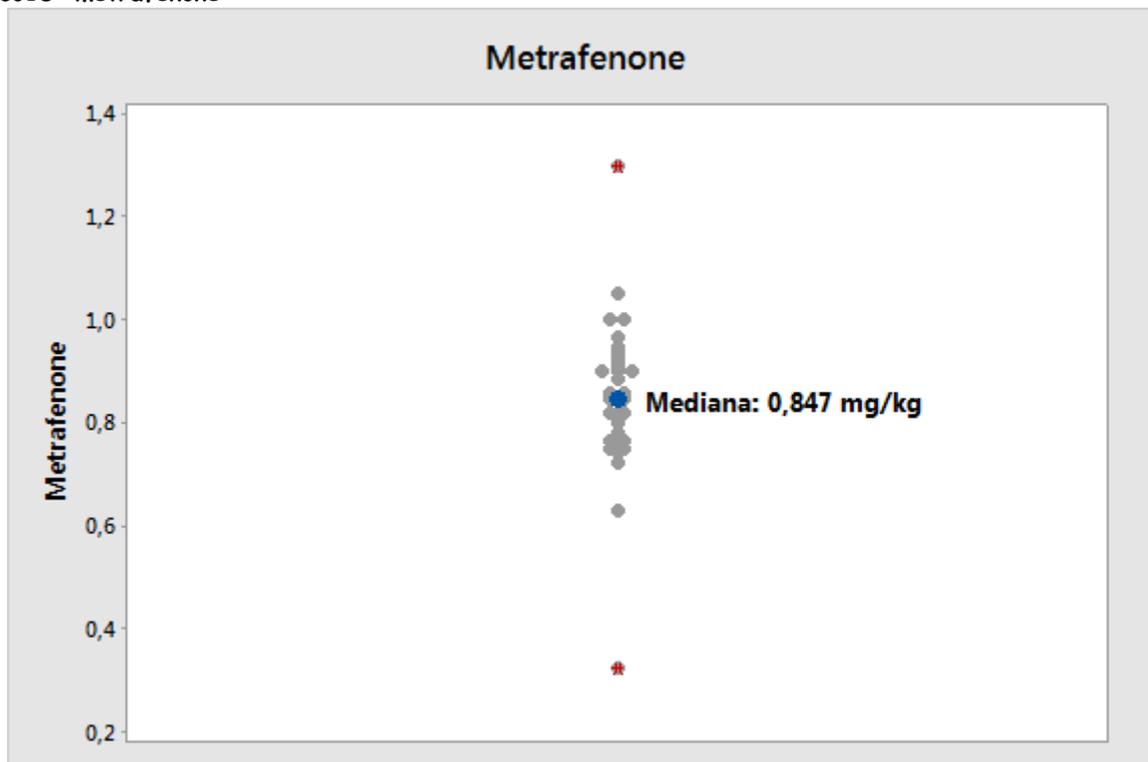


Grafico 19: metrafenone- z'-score

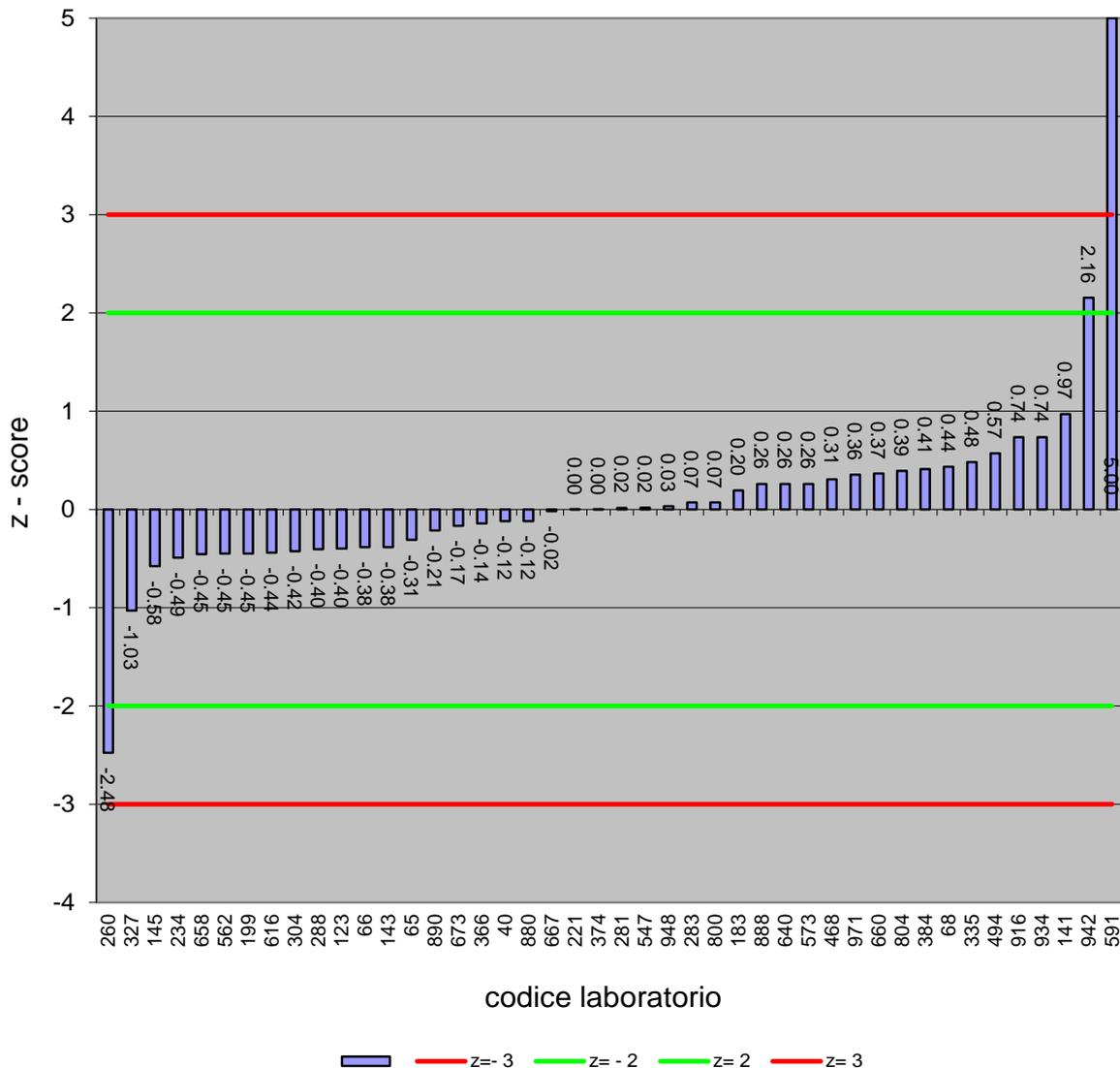


Tabella 18: risultati tebufenpirad

codice laboratorio	tebufenpirad
13	1.84
40	1.3
65	1.19
66	1.4
68	1.63
123	1.409
141	1.91
143	1.05
145	1.209
183	1.727
199	1.35
221	1.565
234	1.095
253	1.67
260	0.74
281	1.571
283	1.54
288	1.582
304	1.471
306	ND
327	1.202
335	1.91
352	1.250
366	1.569
374	1.634
384	1.803
468	1.95
494	1.85
509	1.68
547	1.592
562	1.378
573	1.35
591	1.4
616	1.499
640	1.45
658	1.57
660	1.84
667	1.61
673	1.57
723	ND
800	1.65
804	1.537
880	1.28
888	1.5
890	1.6
916	2.2
934	NR
942	2.7
948	1.598
951	1.58
971	1.5
987	1.45

Grafico 20: tebufenpirad

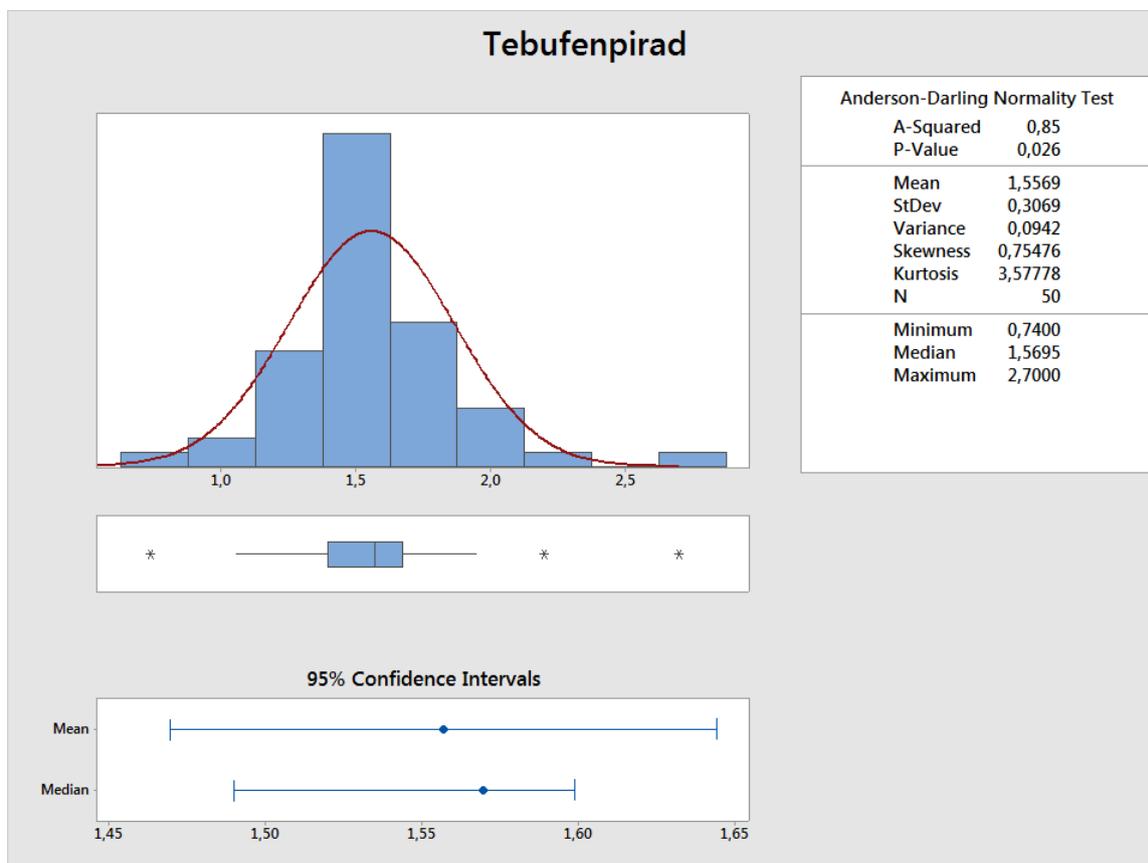


Grafico 21: tebufenpirad

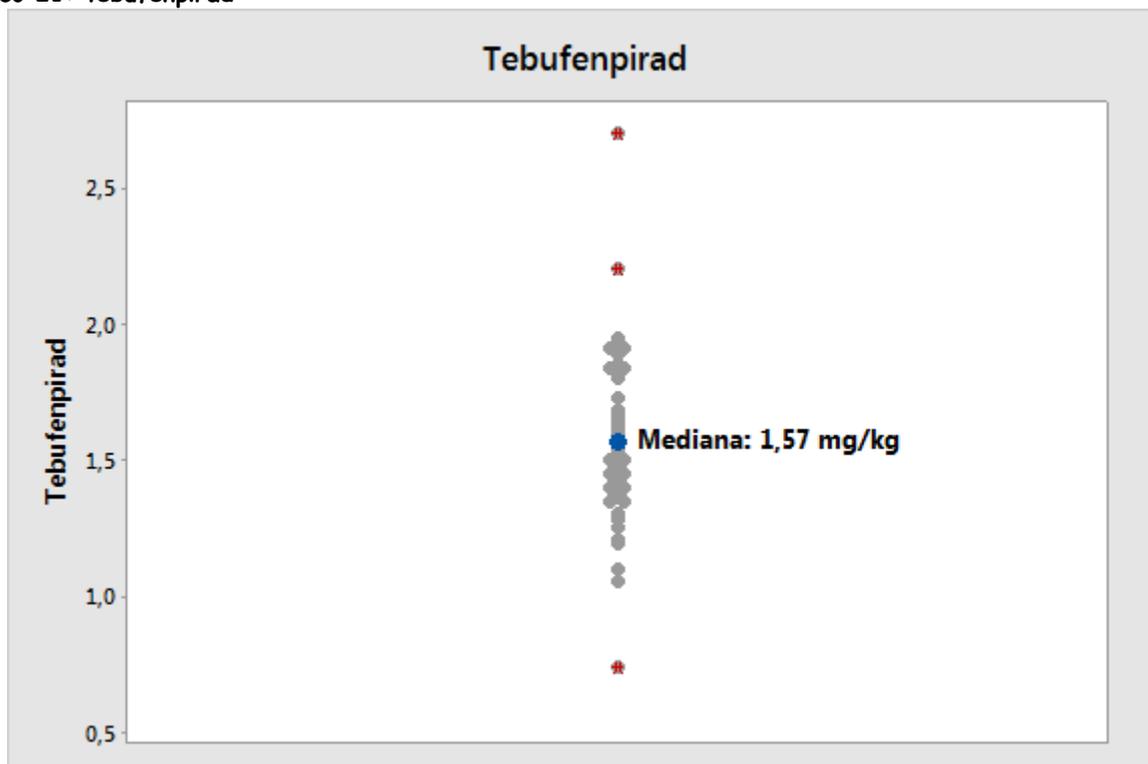
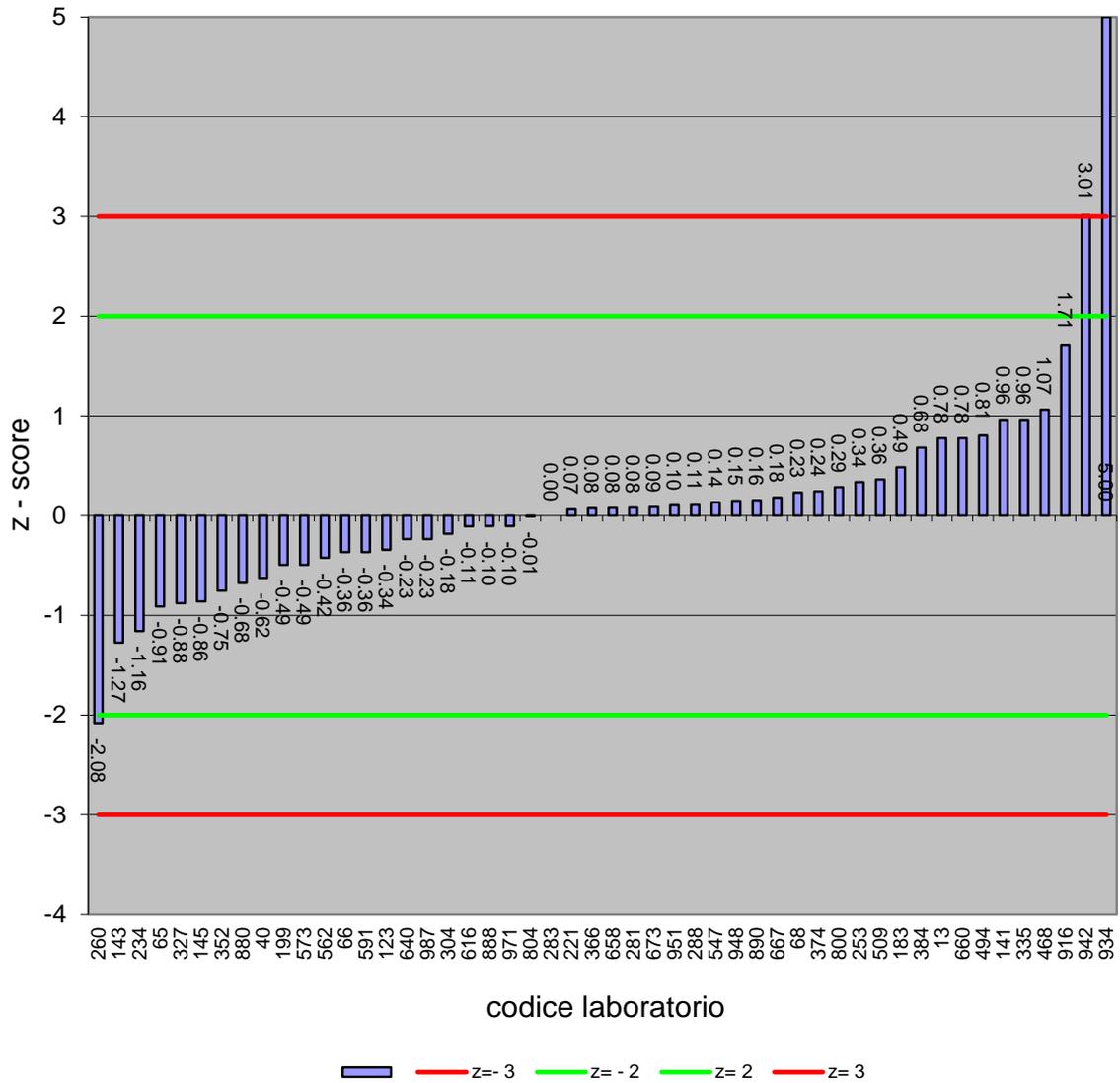


Grafico 22: tebufenpirad-z-score



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 ≤ 2		2 < z ≤ 3		z > 3	
		n°	%	n°	%	n°	%
ciflufenamide	47	46	98	0	0	1	2
clorpirifos etile	50	49	98	1	2	0	0
fenamidone	50	49	98	1	2	0	0
lufenuron	49	48	98	0	0	1	2
metrafenone	44	41	93	2	5	1	2
tebufenpirad	50	47	94	0	0	0	0

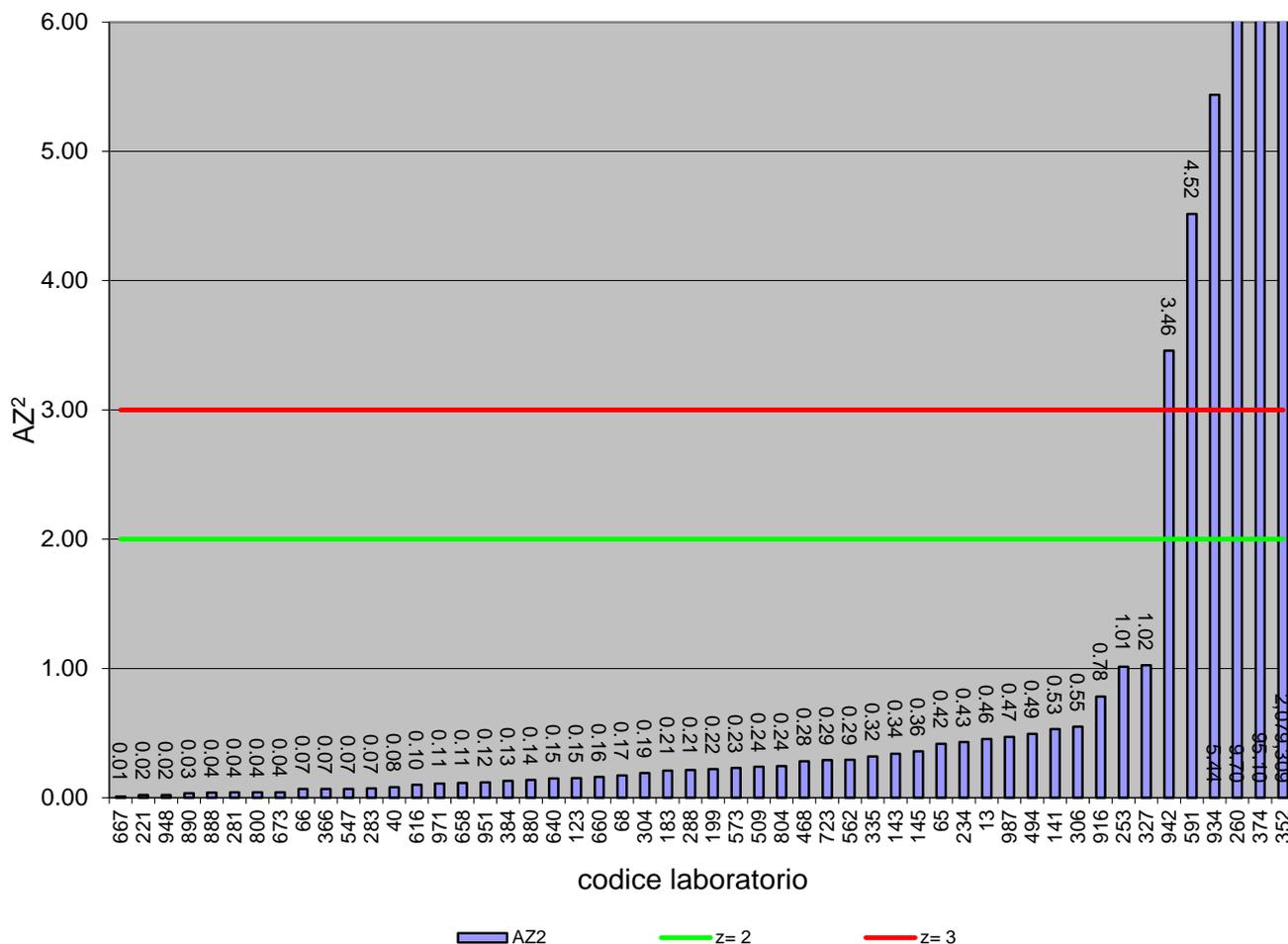
Tabella 20: riassunto giudizi

<i>Riassunto dei giudizi</i>	<i>AZ²</i>	
	n° lab	% lab
Soddisfacente	46	88
Discutibile	0	0
Non soddisfacente	6	12
<i>Totale laboratori</i>	52	100

Tabella 21: AZ²

Lab	m	ciflufenamide	clorpirifos e	fenamidone	lufenuron	metrafenone	tebufenpirad	AZ ²	Valutazione
13	5	0.49	1.17	0.06	-0.22		0.78	0.46	Soddisf
40	6	-0.01	-0.12	0.25	0.10	-0.12	-0.62	0.08	Soddisf
65	6	-0.22	-0.76	0.69	-0.69	-0.31	-0.91	0.42	Soddisf
66	6	-0.15	0.31	0.00	-0.08	-0.38	-0.36	0.07	Soddisf
68	6	0.70	0.31	-0.38	0.23	0.44	0.23	0.17	Soddisf
123	6	-0.27	-0.33	-0.38	-0.56	-0.40	-0.34	0.15	Soddisf
141	6	0.66	0.19	0.21	0.90	0.97	0.96	0.53	Soddisf
143	6	-0.10	0.10	0.06	-0.51	-0.38	-1.27	0.34	Soddisf
145	6	-0.62	-0.66	0.31	-0.41	-0.58	-0.86	0.36	Soddisf
183	6	-0.10	0.96	-0.13	0.22	0.20	0.49	0.21	Soddisf
199	6	-0.69	-0.01	-0.56	-0.30	-0.45	-0.49	0.22	Soddisf
221	6	0.04	-0.23	-0.13	0.23	0.00	0.07	0.02	Soddisf
234	5	-0.05		-0.31	-0.69	-0.49	-1.16	0.43	Soddisf
253	3		1.39	1.00			0.34	1.01	Soddisf
260	5	-1.40	-2.27	-2.44		-2.48	-2.08	9.70	Non Soddisf
281	6	-0.12	0.10	-0.38	-0.27	0.02	0.08	0.04	Soddisf
283	6	-0.45	-0.12	-0.38	0.26	0.07	0.00	0.07	Soddisf
288	6	-0.41	0.63	0.06	-0.74	-0.40	0.11	0.21	Soddisf
304	6	-0.58	-0.53	-0.17	-0.54	-0.42	-0.18	0.19	Soddisf
306	4	0.09	0.31	1.19	0.83			0.55	Soddisf
327	6	-0.17	-1.41	-1.00	-1.14	-1.03	-0.88	1.02	Soddisf
335	6	0.21	0.42	0.50	0.53	0.48	0.96	0.32	Soddisf
352	5	-0.62	-0.12	-0.56	3224.37		-0.75	2079308	Non Soddisf
366	6	-0.45	-0.23	-0.19	0.30	-0.14	0.08	0.07	Soddisf
374	6	23.87	-0.33	-0.63	-0.42	0.00	0.24	95.10	Non Soddisf
384	6	-0.29	-0.01	0.06	0.23	0.41	0.68	0.13	Soddisf
468	6	0.49	0.31	-0.25	0.23	0.31	1.07	0.28	Soddisf
494	6	0.37	0.96	0.75	0.60	0.57	0.81	0.49	Soddisf
509	3		-0.76		-0.06		0.36	0.24	Soddisf
547	6	0.21	0.53	-0.19	-0.18	0.02	0.14	0.07	Soddisf
562	6	-0.03	-0.44	0.06	-1.09	-0.45	-0.42	0.29	Soddisf
573	6	0.02	-0.12	1.00	0.23	0.26	-0.49	0.23	Soddisf
591	6	0.97	0.96	0.25	0.23	5.00	-0.36	4.52	Non Soddisf
616	6	-0.03	-0.33	-0.25	-0.48	-0.44	-0.11	0.10	Soddisf
640	6	0.02	-0.23	0.38	0.76	0.26	-0.23	0.15	Soddisf
658	6	-0.01	-0.55	0.25	-0.32	-0.45	0.08	0.11	Soddisf
660	6	0.11	-0.12	0.44	0.03	0.37	0.78	0.16	Soddisf
667	6	-0.03	0.10	0.06	0.10	-0.02	0.18	0.01	Soddisf
673	6	-0.24	0.31	-0.25	0.06	-0.17	0.09	0.04	Soddisf
723	3		0.53	0.56	0.53			0.29	Soddisf
800	6	-0.22	0.31	-0.06	0.10	0.07	0.29	0.04	Soddisf
804	6	0.14	-0.87	-0.50	-0.53	0.39	-0.01	0.24	Soddisf
880	6	0.02	-0.33	-0.25	-0.43	-0.12	-0.68	0.14	Soddisf
888	6	-0.10	-0.33	-0.19	-0.03	0.26	-0.10	0.04	Soddisf
890	6	0.26	0.10	0.06	0.23	-0.21	0.16	0.03	Soddisf
916	6	0.26	0.31	-0.69	0.76	0.74	1.71	0.78	Soddisf
934	5	0.26		1.00	0.76	0.74	5.00	5.44	Non Soddisf
942	5	0.97	0.96	1.31		2.16	3.01	3.46	Non Soddisf
948	6	-0.03	-0.23	-0.06	0.21	0.03	0.15	0.02	Soddisf
951	4		0.20	-0.13	-0.64		0.10	0.12	Soddisf
971	6	0.49	-0.23	0.38	0.29	0.36	-0.10	0.11	Soddisf
987	3		0.10		1.16		-0.23	0.47	Soddisf

Grafico 23: AZ²



15. Errori Quali-Quantitativi

Codice laboratorio	Principio attivo	concentrazione
260	Fenazaquin	0.052 mg/kg

16. Confronto con altri test

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

codice test	matrice	lab. partecipanti	Lab con SSZ e AZ ² soddisf.	
		n°		
1TF-1998	kiwi	28	20	71
1TF-1999	kiwi	31	16	52
2S01	kiwi	48	35	73
1S03	kiwi	57	39	68
1S05	kiwi	49	33	72
1S07	kiwi	54	37	71
1S09	kiwi	53	44	86
1S10	kiwi	51	36	77
1S12	kiwi	52	45	87
1S13	kiwi	48	45	94
2S14	kiwi	48	45	94
1S15	kiwi	51	46	92
2S15	kiwi	46	43	96
2S20	kiwi	45	38	85
2S21	kiwi	52	46	88

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

Tabella 22: confronto parametri comuni

Codice Test	Matrice	Parametri					
2000-2TF	fragole				Lufenuron		
2001-1TF	kiwi		Clorpirifos E.				
2002-3TF	albicocche		Clorpirifos E.				
1S05	kiwi						Tebufenpirad
2S09	prugne		Clorpirifos E.				
1S11	pere			Fenamidone			
2S12	pesche				Lufenuron		
3S17	cocomeri		Clorpirifos E.				
2S21	kiwi	Ciflufenamide	Clorpirifos E.	Fenamidone	Lufenuron	Metrafenone	Tebufenpirad

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 23: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati

Codice Test	Parametri					
	Ciflufenamide	Clorpirifos E.	Fenamidone	Lufenuron	Metrafenone	Tebufenpirad
2000-2TF				75		
2001-1TF		88				
2002-3TF		86				
1S05						82
2S09		94				
1S11			86			
2S12				93		
3S17		100				
2S21	98	98	98	98	93	94

Tabella 24: dettaglio risultati SSZ e AZ²

codice test	matrice	Lab. partecipanti	Lab con SSZ o AZ ² soddisf.	
			n°	%
	<i>tipo</i>	<i>n°</i>	<i>n°</i>	<i>%</i>
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
3S20	Vino	50	45	90
1S21	Spinaci	45	44	98
2S21	Kiwi	52	46	88

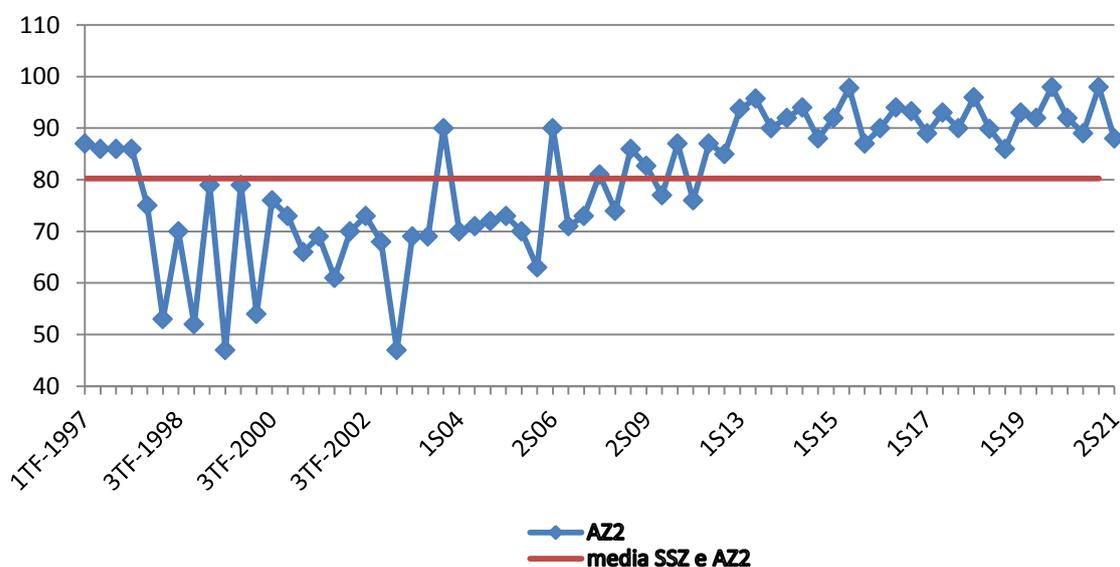
Note:

- (*) : 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, pirifenox, 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. fenitrothion
- (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
- (xvii) : con l'esclusione del parametro clorpirifos metile

Grafico 24: risultati nel tempo SSZ e AZ²

SSZ e AZ² nel tempo



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.

17. 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

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.

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

dove:

$u_{(XPT)}$: 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:

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

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 $u(xpt)$:

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

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

$u_{(xpt)}$: 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

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

Varianza (V): quadrato della deviazione standard.

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

dove:

n rappresenta la dimensione del campione;

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

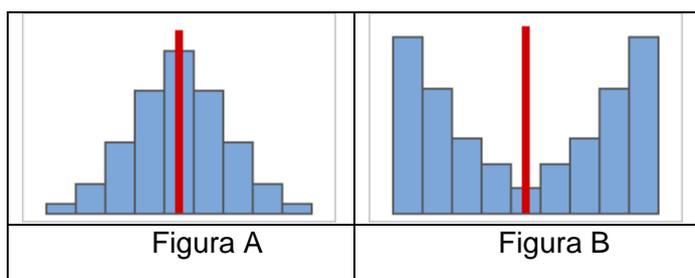
i rappresenta l'iesimo campione

<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.

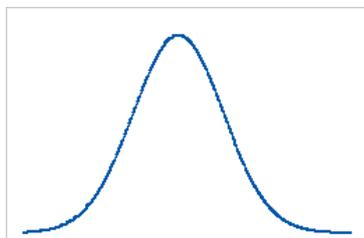


figura A
Linea di base: valore di Kurtosis pari a 0 (figura A)

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.

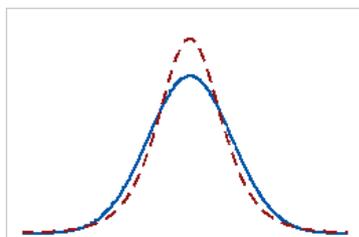


figura B
Kurtosis positiva (figura B)

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.

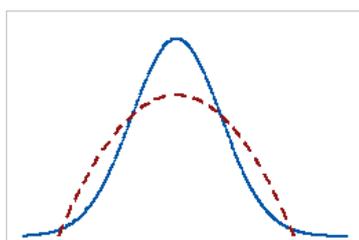


figura C
Kurtosis negativa (figura C)

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.

18. 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 compilando il format presente all'indirizzo:

https://service.arpae.it/interview/Reclami_Informazioni/index.asp?pg=2

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.

19. 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.

20. Riferimenti

- UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 requisiti generali per proficiency testing
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528: 2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- I71101/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"/>		
Bitertanolo	<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"/>		
Ciflufenamide	<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"/>		
Clorantraniliprolo	<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"/>		
Dicrototos	<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"/>		
Esafлумuron	<input type="checkbox"/>		
Etion	<input type="checkbox"/>		
Etirimol	<input type="checkbox"/>		
Etofenprox	<input type="checkbox"/>		
Etoprofos	<input type="checkbox"/>		
Etossazolo	<input type="checkbox"/>		
Exitiazox	<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"/>		
Fenitrothion	<input type="checkbox"/>		
Fenoxicarb	<input type="checkbox"/>		
Fenpirazamina	<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"/>		
Flonicamide	<input type="checkbox"/>		
Fluazifop-P	<input type="checkbox"/>		

Fluazinam	<input type="checkbox"/>		
Fludioxonil	<input type="checkbox"/>		
Flufenoxuron	<input type="checkbox"/>		
Fluopicolide	<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"/>		
Fluxapiroxad	<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"/>		
Imazalil	<input type="checkbox"/>		
Imidacloprid	<input type="checkbox"/>		
Indoxacarb	<input type="checkbox"/>		
Iprodione	<input type="checkbox"/>		
Iprovalicarb	<input type="checkbox"/>		
Isocarbofos	<input type="checkbox"/>		
Isufenfos metile	<input type="checkbox"/>		
Isoprocarb	<input type="checkbox"/>		
Isoprotiolano	<input type="checkbox"/>		
Kresoxim metile	<input type="checkbox"/>		
Lambdacialotrina	<input type="checkbox"/>		
Linuron	<input type="checkbox"/>		
Lufenuron	<input type="checkbox"/>		
Malaoxon	<input type="checkbox"/>		
Malation	<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"/>		
Metrafenone	<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"/>		
Paraoxon metile	<input type="checkbox"/>		
Paration etile	<input type="checkbox"/>		
Paration 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"/>		
Propamocarb	<input type="checkbox"/>		
Propargite	<input type="checkbox"/>		
Propiconazolo	<input type="checkbox"/>		
Propoxur	<input type="checkbox"/>		
Proquinazid	<input type="checkbox"/>		
Prosulfocarb	<input type="checkbox"/>		
Protioconazolo (Protioconazolo destio(somma di isomeri))	<input type="checkbox"/>		
Protiofos	<input type="checkbox"/>		
Quinalfos	<input type="checkbox"/>		
Quinoxifen	<input type="checkbox"/>		
Rotenone	<input type="checkbox"/>		
Spinetoram	<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	<input type="checkbox"/>		
Taufluvinate	<input type="checkbox"/>		
Tebuconazolo	<input type="checkbox"/>		
Tebufenozide	<input type="checkbox"/>		
Tebufenpirad	<input type="checkbox"/>		
Teflubenzuron	<input type="checkbox"/>		
Teflutrin	<input type="checkbox"/>		
Terbutilazina	<input type="checkbox"/>		
Tetraconazolo	<input type="checkbox"/>		
Tetradifon	<input type="checkbox"/>		

Tetrametrina	<input type="checkbox"/>		
Tiabendazolo	<input type="checkbox"/>		
Tiacloprid	<input type="checkbox"/>		
Tiametoxam	<input type="checkbox"/>		
Tiodicarb	<input type="checkbox"/>		
Tolclofos M	<input type="checkbox"/>		
Tolilfluamide	<input type="checkbox"/>		
Triazofos	<input type="checkbox"/>		
Triciclazolo	<input type="checkbox"/>		
Trifloxistrobin	<input type="checkbox"/>		
Triflumuron	<input type="checkbox"/>		
Trifluralin	<input type="checkbox"/>		
Triticonazolo	<input type="checkbox"/>		
Vinclozolin	<input type="checkbox"/>		
Zoxamide	<input type="checkbox"/>		

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

Hanno collaborato alla realizzazione del test:

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

fine rapporto
