

**PT Fitofarmaci:
III sessione
test prodotti fitosanitari
anno 2023**

**PT Pesticides:
III session
testing plant protection products
year 2023**

Natura della modifica: Prima emissione Nature of modification: First issue		
Redazione - Editing Staff	Alessandro Tieghi Diego Tamoni Erika Roncarati	atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it eroncarati@arpae.it
Approvazione del report finale Report Approval	Ivan Scaroni	iscaroni@arpae.it
Coordinatore - Coordinator	Alessandro Tieghi	atieghi@arpae.it
Organizzatore e autorizzatore all'emissione del report finale PT Provider	Stefano Forti	sforti@arpae.it

*Documento firmato digitalmente secondo la normativa vigente
Document digitally signed according to current legislation*

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	5
Foreword	6
1. Riservatezza	7
2. Matrice	7
1. Confidentiality	8
2. Matrix	8
3. Verifica dell'eventuale presenza di residui di prodotti fitosanitari	9
4. Preparazione della matrice	9
5. Preparazione del bianco e relativo codice	9
6. Preparazione degli standards	9
7. Preparazione delle soluzioni per incrementare l'omogenato.....	9
8. Preparazione dei campioni incrementati e relativo codice	9
9. Conservazione dei bianchi e dei campioni incrementati	9
10. Consegna dei test al corriere	9
3. Check for the possible content of pesticide residues	10
4. Matrix preparation	10
5. Blank samples preparation and related code	10
6. Standards preparation	10
7. Preparation of solutions to increase the homogenate	10
8. Preparation of incremented samples and related code.....	10
9. Storage of blanks and incremented samples	10
10. Delivery of tests to the courier	10
11. Ricevimento dei risultati	11
11. Results and information received from Laboratories.....	12
12. Verifica dell'omogeneità e della stabilità	16
12. Homogeneity and stability assessment.....	17
13. Elenco delle sostanze attive, valore assegnato della concentrazione e deviazione standard.....	20
13. List of active substances, assigned concentration value and standard deviation	21
14. Valutazione adeguatezza del metodo.....	22
14. Evaluation of the adequacy of the method.....	23
15. Errori grossolani ovvi	25
15. Obvious gross errors.....	26
16. Errori Quali-Quantitativi.....	53
17. Confronto con altri test.....	53
16. Quali-Quantitative Errors	54
17. Comparison with other tests	54
18. Statistica	61
18. Statistics	62
19. Appelli o Reclami	73
20. Oggetti residui.....	73
21. Riferimenti.....	73
19. Appeals or Complaints.....	74
20. Residual objects.....	74
21. References	74

Tabelle

Tabella 1: aspetti generali	7
Table 1: general aspects	8
Tabella 2: riassunto informazioni dai laboratori	11
Table 2: Summary information from the laboratories	12
Tabella 3: dati omogeneità	16
Tabella 4: verifica omogeneità	16
Table 3: data homogeneity	17
Table 4: check homogeneity	17
Tabella 5: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità	18
Tabella 6: verifica stabilità A.....	18
Tabella 7: verifica stabilità B.....	18
Table 5: summary of statistical tests to verify homogeneity	19
Table 6: check stability A.....	19
Table 7: check stability B.....	19
Tabella 8: valore assegnato della concentrazione, std dev = 25% e metodo di valutazione	20
Tabella 9: metodo di valutazione.....	20
Table 8: assigned value of concentration, std dev = 25% and evaluation method	21
Table 9: evaluation method	21
Tabella 10: valutazione adeguatezza del metodo	22
Table 10: evaluation of the adequacy of the method.....	23
Tabella 11: risultati dai laboratori in mg/kg - laboratory results in mg/kg.....	24
Tabella 12: statistica risultati ricevuti dai laboratori	25
Table 12: statistics of results received from laboratories.....	26
Tabella 13: risultati Benzovindiflupir (in mg/kg) – Table 13 results Benzovindiflupir (in mg/kg).....	27
Tabella 14: risultati Clorantranilipolo (in mg/kg) – Table 14 results Clorantranilipolo (in mg/kg)	30
Tabella 15: risultati Fonicamid (in mg/kg) – Table 15 results Fonicamid (in mg/kg)	33
Tabella 16: risultati Isopirazam (in mg/kg) – Table 16 results Isopirazam (in mg/kg)	36
Tabella 17: risultati Pirimetanil (in mg/kg) – Table 17 results Pirimetanil (in mg/kg).....	39
Tabella 18: risultati Procloraz (in mg/kg) – Table 18 results Procloraz (in mg/kg).....	42
Tabella 19: risultati Tiabendazolo (in mg/kg) – Table 19 results Tiabendazolo (in mg/kg).....	45
Tabella 20: rappresentazione risultati attraverso z-score	48
Tabella 21: riassunto giudizi.....	48
Table 20: representation of results through z-score	49
Table 21: summary of opinions	49
Tabella 22: z – score e AZ ²	50
Table 22: z – score e AZ ²	51
Tabella 23: confronto parametri comuni.....	53
Table 23: comparison of common parameters	54
Tabella 24: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati.....	55
Table 24: summary of percentages of satisfactory results achieved in the various tests examined.....	56
Tabella 25: dettaglio risultati SSZ e AZ ²	57
Table 25: detailed results SSZ and AZ ²	58

Grafici

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore – Graphict 1: number of laboratories that received the test per time interval in hours	13
Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo – Graph 2: number of laboratories and status of samples upon arrival	14
Grafico 3: Metodi di analisi – Graph 3: Methods of analysis.....	14
Grafico 4: confronto medie e incremento teorico (i.t) - Graph 4: comparison of averages and theoretical increase	15
Grafico 5: Benzovindiflupir - Graph 5: Benzovindiflupir	28
Grafico 6: Box plot Benzovindiflupir - Graph 6: Box plot Benzovindiflupir	28
Grafico 7: Benzovindiflupir - z-score - Graph 7: Benzovindiflupir - z-score	29
Grafico 8: Clorantranilipolo - Graph 8: Clorantranilipolo	31
Grafico 9: Box plot Clorantranilipolo - Graph 9: Box plot Clorantranilipolo.....	31
Grafico 10: Clorantranilipolo – z-score - Graph 10: Clorantranilipolo – z-score	32
Grafico11: Flonicamid - Graph 11: Flonicamid.....	34
Grafico12: Box plot Flonicamid - Graph 12: Box plot Flonicamid	34
Grafico 13: Flonicamid -z-score - Graph 13: Flonicamid -z-score	35
Grafico 14: Isopirazam - Graph 14: Isopirazam.....	37
Grafico 15: Box plot Isopirazam - Graph 15: Box plot Isopirazam.....	37
Grafico 16: Isopirazam - z-score - Graph 16: Isopirazam - z-score.....	38
Grafico17: Pirimetanil - Graph 17: Pirimetanil	40
Grafico18: Box plot Pirimetanil - Graph 17: Pirimetanil	40
Grafico 19: Pirimetanil - z-score - Graph 19: Pirimetanil - z-score	41
Grafico 20: Procloraz - Graph 20: Procloraz	43
Grafico 21: Box plot Procloraz - Graph 21: Box plot Procloraz.....	43
Grafico 22: Procloraz –z-score - Graph 22: Procloraz –z-score	44
Grafico 23: Tiabendazolo - Graph 23: Tiabendazolo.....	46
Grafico 24: Box plot Tiabendazolo - Graph 24: Box plot Tiabendazolo	46
Grafico 25: Tiabendazolo –z-score - Graph 25: Tiabendazolo –z-score	47
Grafico 26: AZ ² - Graph 26: AZ ²	52
Grafico 27: risultati nel tempo SSZ e AZ ²	59
Graph 27: results over time SSZ and AZ ²	60

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 (PTP) dal 25/09/2019, in conformità alla norma UNI CEI ISO/IEC 17043:2010, a cui è stato assegnato il codice PTP N°: 0020P.

A seguito dell'emissione della Norma EN ISO/IEC 17043:2023 ARPAE ha iniziato il percorso di transizione.

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 ISO 13528:2022, e sono calcolate la media e la deviazione standard relativa robuste.

In base a tale trattamento viene espressa la valutazione delle performance in base al parametro z-score e mediante la valutazione complessiva sull'esito del test attraverso AZ^2 , 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.

Foreword

For years, an institutional objective of the multi-site laboratory in Ferrara (ARPAE Emilia-Romagna), includes proposing proficiency tests (PT) to public and private structures..

The purpose of the PT is to verify the performance of the participants in accordance with the current revision of the SANTE document "*Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed*" which provides for an extended uncertainty of 50% .

In relation to the requests of the European Community to create coordinated control plans, in compliance with the regulations in force and the legal definitions of residues, the list of active substances of interest is periodically updated.

ARPAE has been accredited as a proficiency test provider (PTP) since 09/25/2019, in compliance with the UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 standard, to which the PTP code N°: 0020P has been assigned.

Following the issue of the EN ISO/IEC 17043:2023 standard, ARPAE has begun the transition towards updating this process.

In compliance with the aforementioned standard, the statistical treatment of the participants' data was conducted by providing a calculation of the assigned value by applying Algorithm A, as described in (as described in ANNEX C of standard 13528:2022), and of the average and relative robust standard deviation.

Based on this treatment, the performance evaluation is expressed based on the z-score parameter and through the overall evaluation of the test outcome through AZ^2 , average of the squares of the z-scores.

Each laboratory is also asked to analyze the causes that determined each individual z-score, as a tool for objective verification of the work carried out.

Tabella 1: aspetti generali

<i>Data di preparazione del test</i>	23/08/2023
<i>Data di consegna al corriere per la spedizione ai laboratori</i>	02/10/2023
<i>Corriere utilizzato</i>	Traser
<i>Campioni (incrementati e bianco) conservati con</i>	ghiaccio secco
<i>Numero campioni incrementati preparati</i>	89
<i>Numero campioni bianchi</i>	86
<i>Numero laboratori cui è stato inviato il test</i>	53
<i>Numero laboratori che hanno fornito risultati</i>	51 pari al 96.2%
<i>Matrice utilizzata</i>	Succo di Limoni
<i>Numero di sostanze attive nel test</i>	7
<i>Descrizione sostanze attive</i>	Benzovindiflupir, Clorantranilprolo, Flonicamid, Isopirazam, Pirimetanil, Procloraz, Tiabendazolo
<i>Livello di concentrazione</i>	Tabella 8: valore assegnato della concentrazione

Nel mese di agosto 2023 è stato preparato il terzo test sui prodotti fitosanitari dell'anno 2023. Il test è stato inviato a 53 laboratori.

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: succo di limoni. Il prodotto, d'origine italiana, è stato acquistato interamente da un fornitore in Regione Emilia Romagna.

Table 2: general aspects

<i>Test preparation date</i>	23/08/2023
<i>Delivery date to the courier for shipment to the laboratories</i>	02/10/2023
<i>Courier used</i>	Traser
<i>Samples (incremented and blank) stored with:</i>	dry ice
<i>Spiked number of samples prepared</i>	89
<i>Number of blank samples</i>	86
<i>Number of laboratories to which the test was sent</i>	53
<i>Number of laboratories that provided results</i>	51 pari al 96.2%
<i>Matrix used</i>	Lemon juice
<i>Number of active substances in the test</i>	7
<i>Description of active substances</i>	Benzovindiflupir, Clorantraniliprololo, Flonicamid, Isopirazam, Pirimetanil, Procloraz, Tiabendazolo
<i>Level of concentration</i>	Table 8: Assigned concentration value

The third test on plant protection products for the year 2023 was prepared in August 2023. The test was sent to 53 laboratories.

1. Confidentiality

For the entire duration of the scheme, the laboratories are identified only and exclusively through a numerical code. The codes are assigned on a random basis and communicated to the participant when the Google Sheet is shared for the transmission of their results.

In the event that a participant's results must be communicated to third parties, this occurs only with the prior knowledge and written authorization of the participant.

This authorization is not foreseen in cases where the request comes from bodies appointed by law, however the organizer is required to give written notice to the participant.

2. Matrix

The matrix used to prepare the test was: lemon juice. The product, of Italian origin, was purchased entirely from a supplier in the Emilia Romagna Region.

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 della 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

La matrice, destinata alla preparazione dei "campioni bianchi", è stata addizionata di:

- una quantità di acqua esente da residui di prodotti fitosanitari pari circa al 9%,
- un volume di acetone esente da sostanze attive pari a quello utilizzato per la preparazione dei campioni incrementati.

La miscela ottenuta è stata agitata meccanicamente per circa 10 minuti, un tempo sufficiente a renderla omogenea; è stata successivamente suddivisa in contenitori, su ognuno dei quali è stata posta un'etichetta riportante la dicitura: PT FITOFARMACI-CAMPIONE BIANCO, matrice SUCCO DI LIMONI, codice 3S23.

6. Preparazione degli standards

A partire dagli standards puri, nel rispetto dell' istruzione operativa I65021/LM "Gestione dei materiali di riferimento" 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 con unità di formato pari a 0.01 mg; tarata secondo quanto riportato nella I65002/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 un'unica aggiunta all'omogenato, poter 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 e i volumi di soluzione primaria per preparare la soluzione di incremento.

La matrice, destinata alla preparazione dei "campioni incrementati", è stata addizionata di:

- una quantità di acqua esente da residui di prodotti fitosanitari pari circa al 9%,
- la soluzione di incremento.

La miscela ottenuta è stata agitata meccanicamente per circa 10 minuti, un tempo sufficiente a renderla omogenea, come confermato dai test riportati nelle Tabella 4: verifica omogeneità", Tabella 5: 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 SUCCO DI LIMONI, codice test 3S23.

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 02/10/2023.

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.

3. Check for the possible content of pesticide residues

From the entire quantity of the matrix, a representative sample was obtained, on which the possible content of pesticide residues was checked. No active substances, included in Annex 4 - I40901/PT, were detected.

4. Matrix preparation

Using Mod. 1 of I40401/PT "Preparation of pesticide matrix", the homogenized product mass necessary to package the "incremented sample" objects was defined, and an equal quantity was allocated for the preparation of the "blank samples".

5. Blank samples preparation and related code

A quantity of water free from pesticide residues equal to approximately 9% and a volume of acetone free from active substances equal to that used for the preparation of the incremented samples were added to the matrix, intended for the preparation of the "blank samples".

The mixture obtained was mechanically stirred for approximately 10 minutes, sufficient to make it homogeneous. The mixture was subsequently divided into containers, each with a label bearing these words: PT PLANT PRODUCTS - WHITE SAMPLE, LEMON JUICE matrix, code 3S23.

6. Standards preparation

Starting from the pure standards, in compliance with Arpaes QMS operating instructions I65021/LM "Management of reference materials", the primary solutions were prepared. The solvent used was acetone.

The weighings were carried out with a Radwag XA82/2204Y, analytical balance with a 0.01 mg format unit; calibrated as reported in I65002/LM "Calibration and control of scales".

The glassware used was exclusively class A.

7. Preparation of solutions to increase the homogenate

The choice of active substances to be used in the test preparation, takes place on the basis of the list established at the beginning of the year of activity, refer to Annex 4 - I40901/PT "Communication with participants". A secondary solution is prepared, containing a mixture all the active substances chosen for the test, so as to be able to make a single addition to the homogenate, and to be able to have the pre-set concentration, in mg/kg, on the matrix.

8. Preparation of incremented samples and related code

Using Mod. 1 of I40401/PT "Preparation of pesticide matrix", the weight of the homogenized matrix and the volumes of primary solution were calculated to prepare the incremented solution.

A quantity of water free from pesticide residues equal to approximately 9% and the incremented solution were added to the matrix, intended for the preparation of "incremented samples".

The mixture obtained was mechanically stirred for approximately 10 minutes, sufficient to make it homogeneous, as confirmed by the tests reported in Table 4: "homogeneity verification" and Table 5: "summary of statistical tests to verify homogeneity", and subsequently divided into containers, each with a label bearing these words: PT PESTAL PRODUCTS - INCREASED SAMPLE LEMON JUICE matrix, test code 3S23.

9. Storage of blanks and incremented samples

Before shipping, the samples were frozen and stored in the freezer, at a temperature of $-15 \pm 5^{\circ}\text{C}$, at least for one night. Temperature control takes place through a data logger network system, calibrated and managed within the ARPAE QMS, (according to I65001/LM and I65001/FE).

10. Delivery of tests to the courier

The samples were delivered to the courier for shipping on 02/10/2023.

A blank sample and an incremented sample were delivered to each laboratory.

During transport, test samples and blanks were stored with dry ice.

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 3S23 Fitofarmaci la data è stata individuata come “dead line” il 27/10/2023.

Per la trasmissione dei risultati all'Ente Organizzatore, 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 dal corriere per la loro consegna e il metodo di prova utilizzato dal laboratorio per la determinazione dei residui. Al raggiungimento della dead line viene tolta la condivisione del file al laboratorio e, conseguentemente, la possibilità di modifica. L'Ente Organizzatore inoltra, via e-mail, ad ogni singolo partecipante, il file in formato pdf del proprio Foglio di Google compilato.

Tali informazioni sono riportate nella Tabella 2: riassunto informazioni dai laboratori.

Tabella 3: riassunto informazioni dai laboratori

INVIO CAMPIONI E STATO ALL'ARRIVO			TEMPO PER IL TRASPORTO (IN ORE)		
	<i>n°</i>	%	<i>ore</i>	<i>n°</i>	%
campioni inviati	53				
			< 24	15	28
ottimo	50	94	24	27	51
buono	2	4	48	9	17
scarso	0		72	1	2
dato non fornito	1	2	> 72	0	0
			dato non fornito	1	2
moduli	53	100	risultati	53	100

METODI DI ANALISI		
	<i>n°</i>	%
campioni inviati	53	
EN 15662:2018	48	90
Ripartizione liquido-liquido	0	0
altro	3	6
Nessuno: non partecipo per le S.A	1	2
dato non fornito	1	2
moduli	53	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.

Nel Grafico 1: "numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore", nel Grafico 2: il dettaglio di quanto indicato in Tabella 2: "riassunto informazioni dai laboratori" e nel Grafico 3: "Metodi di analisi" e nel Grafico 4: confronto medie e incremento teorico.

11. Results and information received from Laboratories

A unique date is identified to deliver the results (see 4.6.1.2 - UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010): the 3S23 Pesticide test deadline was identified on 27/10/2023.

To transmit the results, a specific Google Sheet is shared with each participant, which contains the laboratory identification code. As established in I40441/PT "Interlaboratory evaluation test statistical plan", the results should be entered into the Google Sheets (as previously mentioned) directly by the participants. The status of the samples upon arrival, the time taken for delivery and the method used to determine the pesticide content is also entered directly by the participants. On the deadline, sharing with the Provider and modifications are no longer allowed. The completed Google Sheet PDF file will be sent by email to each individual participant.

This information is reported in Table 2: summary information from the laboratories.

Table 4: Summary information from the laboratories

SENDING SAMPLES AND STATUS ON ARRIVAL			TRANSPORT TIME (IN HOURS)		
	<i>n</i> °	%	<i>hours</i>	<i>n</i> °	%
samples sent	53				
			< 24	15	28
optimal	50	94	24	27	51
good	2	4	48	9	17
rare	0		72	1	2
data not provided	1	2	> 72	0	0
			data not provided	1	2
forms	53	100	results	53	100

METHODS OF ANALYSIS		
	<i>n</i> °	%
samples sent	53	
EN 15662:2018	48	90
Liquid breakdown-liquid	0	0
other	3	6
None: I am not participating for the S.A	1	2
data not provided	1	2
forms	53	100

Legend:

- Sending samples to the Laboratory

- ✓ *n*° = number of laboratories that received the sample with the indicated arrival status
- ✓ % = number of laboratories that received the sample with the indicated arrival status, expressed as a percentage of the number of samples sent
- ✓ state on arrival = storage conditions of the sample upon arrival
 excellent: frozen in the presence of dry ice
 good: no dry ice, but in good condition
 poor: defrosted

- Time for transportation

- ✓ *hours* = number of hours spent delivering samples to the laboratories.
- ✓ *n*° = number of laboratories that received the test in the indicated hours
- ✓ % = number of laboratories that received the test in the hours indicated, expressed as a percentage of the number of samples sent.

In Graphic 1: "number of laboratories that received the test per time interval in hours", in Graphic 2: the detail of what is indicated in Table 2: "summary of information from the laboratories" and in Graphic 3: "Analysis methods" and in Graph 4: comparison of averages and theoretical increase.

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore - Graphict 1: number of laboratories that received the test per time interval in hours

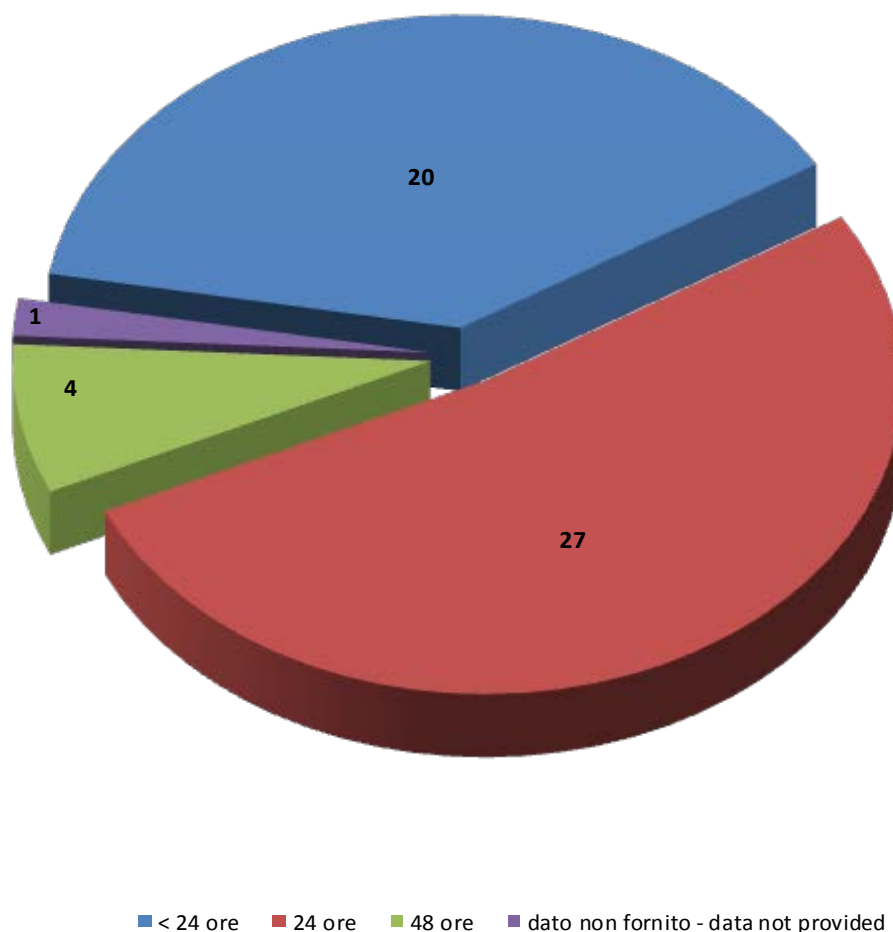


Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo - Graph 2: number of laboratories and status of samples upon arrival

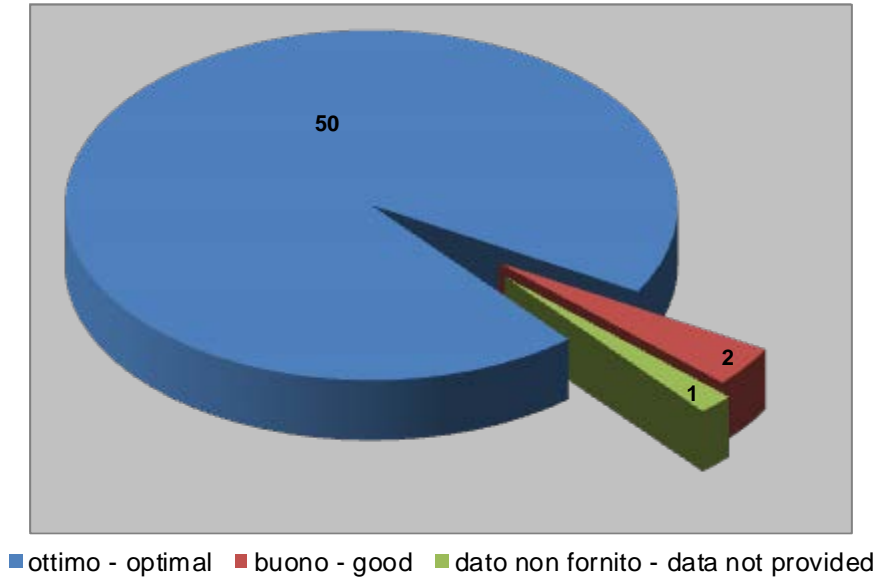


Grafico 3: Metodi di analisi - Graph 3: Methods of analysis

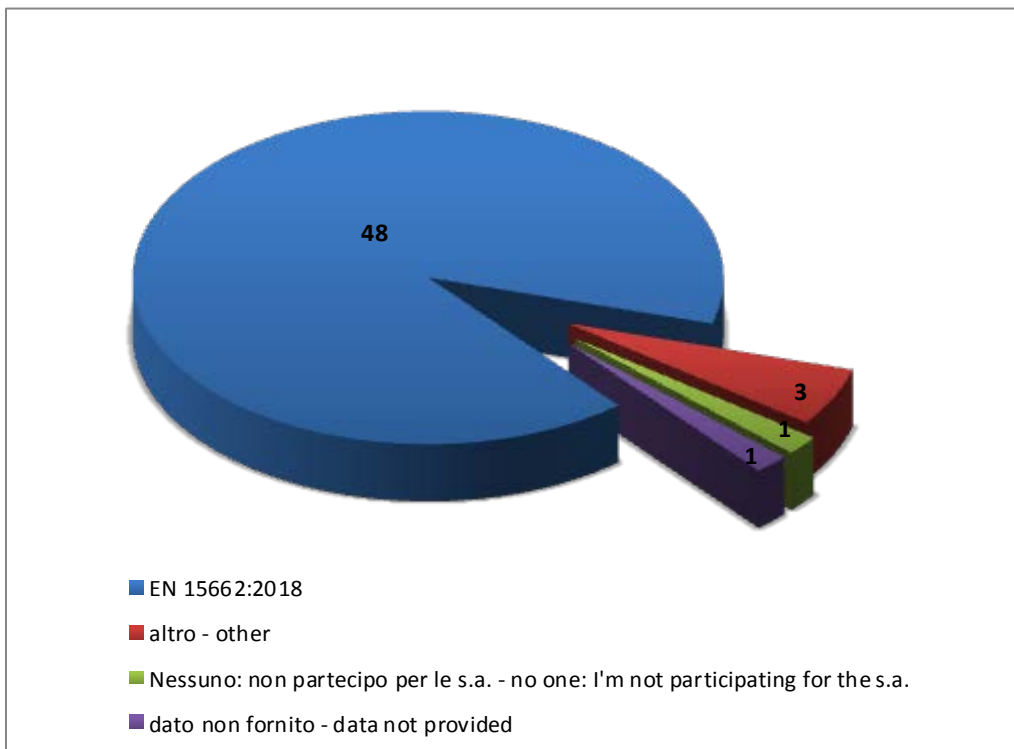
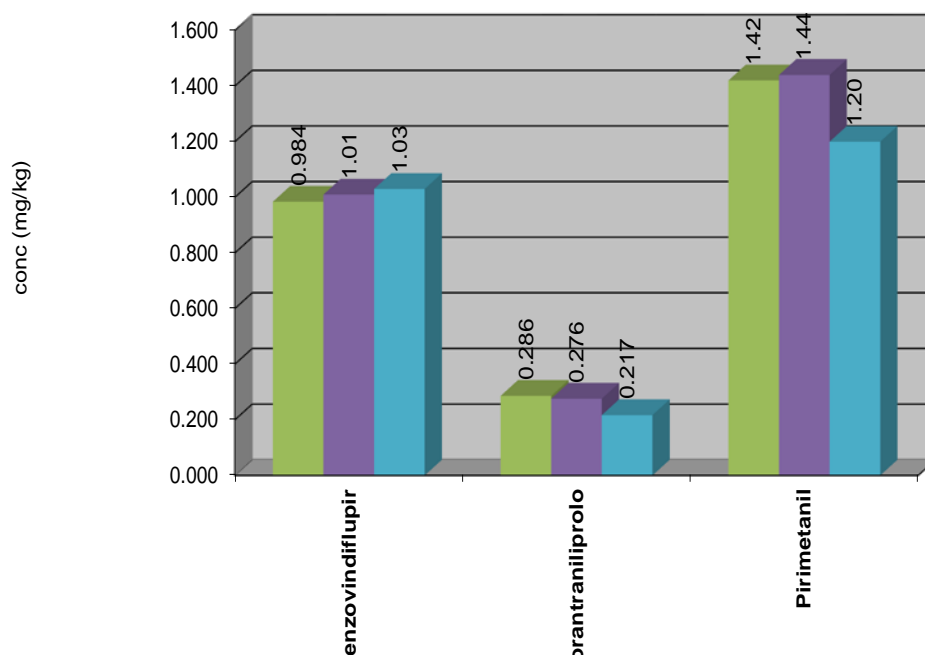
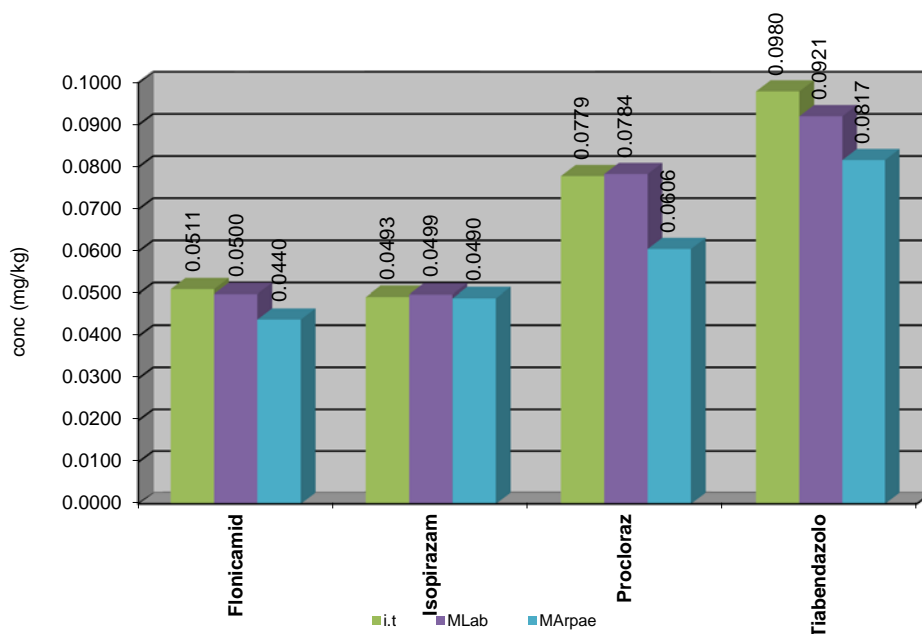


Grafico 4: confronto medie e incremento teorico (i.t) - Graph 4: comparison of averages and theoretical increase



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 dalla totalità, 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, e raccolte 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 5: dati omogeneità

Descrizione s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
<i>incremento teorico (mg/kg)</i>	0.984	0.286	0.0511	0.0493	1.42	0.0779	0.0980
ripet. 1.1	1.07	0.220	0.0458	0.0517	1.23	0.0642	0.0840
ripet. 1.2	1.00	0.217	0.0454	0.0501	1.22	0.0629	0.0831
ripet. 1.3	1.01	0.211	0.0447	0.0500	1.20	0.0638	0.0821
ripet. 1.4	1.03	0.213	0.0437	0.0473	1.17	0.0618	0.0814
ripet. 1.5	1.07	0.214	0.0445	0.0483	1.21	0.0631	0.0827
ripet. 1.6	1.04	0.220	0.0445	0.0496	1.22	0.0611	0.0809
ripet. 1.7	1.03	0.218	0.0464	0.0490	1.24	0.0632	0.0823
ripet. 1.8	1.09	0.213	0.0452	0.0491	1.21	0.0636	0.0815
ripet. 1.9	1.08	0.214	0.0453	0.0500	1.21	0.0643	0.0833
ripet. 1.10	1.09	0.201	0.0438	0.0512	1.23	0.0606	0.0822
ripet. 2.1	1.04	0.218	0.0427	0.0460	1.21	0.0541	0.0816
ripet. 2.2	1.03	0.220	0.0430	0.0516	1.19	0.0581	0.0809
ripet. 2.3	1.02	0.218	0.0419	0.0503	1.19	0.0573	0.0797
ripet. 2.4	1.00	0.227	0.0428	0.0473	1.18	0.0586	0.0807
ripet. 2.5	1.06	0.235	0.0470	0.0510	1.25	0.0647	0.0858
ripet. 2.6	0.991	0.214	0.0424	0.0498	1.18	0.0558	0.0811
ripet. 2.7	0.978	0.218	0.0425	0.0463	1.16	0.0594	0.0799
ripet. 2.8	0.990	0.222	0.0432	0.0461	1.16	0.0611	0.0806
ripet. 2.9	0.987	0.220	0.0425	0.0470	1.16	0.0577	0.0802
ripet. 2.10	0.980	0.212	0.0418	0.0475	1.16	0.0562	0.0794

Tabella 6: verifica omogeneità

Descrizione s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
Media ARPAE (M_{arpae})	1.03	0.217	0.0440	0.0490	1.20	0.0606	0.0817
Mediana (m_{arpae})	1.03	0.218	0.0438	0.0493	1.20	0.0611	0.0814
num. misure (n)	20	20	20	20	20	20	20
gradi di libertà (gdl)	19	19	19	19	19	19	19
valore minimo (VM_{arpae})	0.978	0.201	0.0418	0.0460	1.16	0.0541	0.0794
valore massimo (VM_{arpae})	1.09	0.235	0.0470	0.0517	1.25	0.0647	0.0858
dS_{arpae}	3.73E-02	6.73E-03	1.55E-03	1.87E-03	2.83E-02	3.24E-03	1.59E-03
dev. std. media (Sm_{arpae})	8.34E-03	1.50E-03	3.46E-04	4.18E-04	6.34E-03	7.23E-04	3.55E-04
Varianza	1.39E-03	4.52E-05	2.40E-06	3.49E-06	8.04E-04	1.05E-05	2.52E-06
Giustezza (Giu_{arpae})	0.0464	-0.0687	-0.0071	-0.000347	-0.221	-0.0173	-0.0163

12. Homogeneity and stability assessment

In compliance with I40441/PT "Interlaboratory proficiency test statistical plan" and I40401/PT "Preparation, homogeneity, stability and assigned value", prior to shipment, the homogeneity of test samples was verified by the Provider.

On 10 objects, chosen at random, the analysis was carried out in duplicate.

The test procedures used are accredited UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018, and collected in the list of test methods/procedures which constitutes an integral part of the laboratory's quality system.

Tests were also conducted to verify the stability of the samples.

The results, together with the assessment, are shown in the following tables.

Table 7: data homogeneity

Description p.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprolo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
<i>theoretical increase mg/kg</i>	0.984	0.286	0.0511	0.0493	1.42	0.0779	0.0980
ripet. 1.1	1.07	0.220	0.0458	0.0517	1.23	0.0642	0.0840
ripet. 1.2	1.00	0.217	0.0454	0.0501	1.22	0.0629	0.0831
ripet. 1.3	1.01	0.211	0.0447	0.0500	1.20	0.0638	0.0821
ripet. 1.4	1.03	0.213	0.0437	0.0473	1.17	0.0618	0.0814
ripet. 1.5	1.07	0.214	0.0445	0.0483	1.21	0.0631	0.0827
ripet. 1.6	1.04	0.220	0.0445	0.0496	1.22	0.0611	0.0809
ripet. 1.7	1.03	0.218	0.0464	0.0490	1.24	0.0632	0.0823
ripet. 1.8	1.09	0.213	0.0452	0.0491	1.21	0.0636	0.0815
ripet. 1.9	1.08	0.214	0.0453	0.0500	1.21	0.0643	0.0833
ripet. 1.10	1.09	0.201	0.0438	0.0512	1.23	0.0606	0.0822
ripet. 2.1	1.04	0.218	0.0427	0.0460	1.21	0.0541	0.0816
ripet. 2.2	1.03	0.220	0.0430	0.0516	1.19	0.0581	0.0809
ripet. 2.3	1.02	0.218	0.0419	0.0503	1.19	0.0573	0.0797
ripet. 2.4	1.00	0.227	0.0428	0.0473	1.18	0.0586	0.0807
ripet. 2.5	1.06	0.235	0.0470	0.0510	1.25	0.0647	0.0858
ripet. 2.6	0.991	0.214	0.0424	0.0498	1.18	0.0558	0.0811
ripet. 2.7	0.978	0.218	0.0425	0.0463	1.16	0.0594	0.0799
ripet. 2.8	0.990	0.222	0.0432	0.0461	1.16	0.0611	0.0806
ripet. 2.9	0.987	0.220	0.0425	0.0470	1.16	0.0577	0.0802
ripet. 2.10	0.980	0.212	0.0418	0.0475	1.16	0.0562	0.0794

Table 8: check homogeneity

Description s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprolo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
Average ARPAE (M_{arpae})	1.03	0.217	0.0440	0.0490	1.20	0.0606	0.0817
Median (m_{arpae})	1.03	0.218	0.0438	0.0493	1.20	0.0611	0.0814
num. measures (n)	20	20	20	20	20	20	20
degrees of freedom (gdl)	19	19	19	19	19	19	19
minimum value ($v_{M_{arpae}}$)	0.978	0.201	0.0418	0.0460	1.16	0.0541	0.0794
maximum value ($V_{M_{arpae}}$)	1.09	0.235	0.0470	0.0517	1.25	0.0647	0.0858
$d_{S_{arpae}}$	3.73E-02	6.73E-03	1.55E-03	1.87E-03	2.83E-02	3.24E-03	1.59E-03
dev. std. average ($S_{m_{arpae}}$)	8.34E-03	1.50E-03	3.46E-04	4.18E-04	6.34E-03	7.23E-04	3.55E-04
Variance	1.39E-03	4.52E-05	2.40E-06	3.49E-06	8.04E-04	1.05E-05	2.52E-06
trueness (Giu_{arpae})	0.0464	-0.0687	-0.0071	-0.000347	-0.221	-0.0173	-0.0163

Tabella 9: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

Descrizione s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
S_w	4.40E-02	6.97E-03	1.81E-03	2.01E-03	3.24E-02	3.82E-03	1.59E-03
S_s	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
σ_{omo}	1.54E-01	3.26E-02	6.59E-03	7.34E-03	1.80E-01	9.09E-03	1.23E-02
Valore di controllo	4.63E-02	9.78E-03	1.98E-03	2.20E-03	5.40E-02	2.73E-03	3.68E-03
$S_s \leq 0.3\sigma_{omo}$	VERO	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 calcolato come descritto al p.to B3 della Norma ISO 13528:2022
- σ_{omo} : 0,15 x valore medio dell'omogeneità
- Valore di controllo: 0,3 x σ_{omo}

Tabella 10: verifica stabilità A

s.a.	giorno 1 analisi campione 1a	giorno 1 analisi campione 1b	giorno 1 analisi campione 2a	giorno 1 analisi campione 2b	MEDIA 1 (M_1)	giorno 2 analisi campione 3a	giorno 2 analisi campione 3b	giorno 2 analisi campione 4a	giorno 2 analisi campione 4b	MEDIA 2 (M_2)
Benzovindiflupir	1.03	1.00	0.992	1.01	1.01	1.02	1.03	0.99	1.02	1.01
Clorantraniliprololo	0.244	0.242	0.238	0.254	0.245	0.259	0.253	0.254	0.251	0.254
Fonicamid	0.0477	0.0475	0.0477	0.0468	0.0474	0.0478	0.0464	0.0459	0.0460	0.0465
Isopirazam	0.0528	0.0522	0.0516	0.0511	0.0519	0.0525	0.0526	0.0517	0.0512	0.0520
Pirimetanil	1.17	1.17	1.14	1.16	1.16	1.15	1.15	1.15	1.16	1.15
Procloraz	0.0665	0.0671	0.0648	0.0671	0.0664	0.0675	0.0661	0.0666	0.0678	0.0670
Tiabendazolo	0.0705	0.0714	0.0697	0.0686	0.0701	0.0694	0.0679	0.0679	0.0687	0.0685

s.a.	$ M_1 - M_2 $	σ_{PT}	giudizio
Benzovindiflupir	6.32E-03	0.252	Pass
Clorantraniliprololo	9.75E-03	0.0691	Pass
Fonicamid	9.00E-04	0.0125	Pass
Isopirazam	7.50E-05	0.0125	Pass
Pirimetanil	7.50E-03	0.360	Pass
Procloraz	6.25E-04	0.0196	Pass
Tiabendazolo	1.58E-03	0.0230	Pass

Note: giorno 1 = giorno della spedizione
giorno 2 = 24 ore dopo il giorno 1, conservato a temperatura refrigerata 3°C ± 3°C
 σ_{PT} = deviazione standard pari al 25% del valore assegnato

Tabella 11: verifica stabilità B

s.a.	giorno 1 analisi campione 1a	giorno 1 analisi campione 1b	giorno 1 analisi campione 2a	giorno 1 analisi campione 2b	MEDIA 1 (M_1)	giorno 3 analisi campione 5a	giorno 3 analisi campione 5b	giorno 3 analisi campione 6a	giorno 3 analisi campione 6b	MEDIA 3 (M_3)
Benzovindiflupir	1.03	1.00	0.992	1.01	1.01	1.07	0.922	0.963	0.968	0.981
Clorantraniliprololo	0.244	0.242	0.238	0.254	0.245	0.254	0.235	0.243	0.252	0.246
Fonicamid	0.0477	0.0475	0.0477	0.0468	0.0474	0.0476	0.0428	0.0447	0.0426	0.0444
Isopirazam	0.0528	0.0522	0.0516	0.0511	0.0519	0.0545	0.0515	0.0511	0.0534	0.0526
Pirimetanil	1.17	1.17	1.14	1.16	1.16	1.25	1.10	1.10	1.07	1.13
Procloraz	0.0665	0.0671	0.0648	0.0671	0.0664	0.0708	0.0628	0.0651	0.0646	0.0658
Tiabendazolo	0.0705	0.0714	0.0697	0.0686	0.0701	0.0737	0.0654	0.0663	0.0654	0.0677

s.a.	$ M_1 - M_3 $	σ_{PT}	giudizio
Benzovindiflupir	2.66E-02	0.252	Pass
Clorantraniliprololo	1.50E-03	0.0691	Pass
Fonicamid	2.99E-03	0.0125	Pass
Isopirazam	6.96E-04	0.0125	Pass
Pirimetanil	3.07E-02	0.360	Pass
Procloraz	5.37E-04	0.0196	Pass
Tiabendazolo	2.35E-03	0.0230	Pass

Note: giorno 1 = giorno della spedizione
giorno 3 = dead line: ultimo giorno utile per la consegna dei risultati, campione conservato a temperatura di congelamento -15°C ± 5°C
 σ_{PT} = deviazione standard pari al 25% del valore assegnato

Table 12: summary of statistical tests to verify homogeneity

Description s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
S_w	4.40E-02	6.97E-03	1.81E-03	2.01E-03	3.24E-02	3.82E-03	1.59E-03
S_s	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
σ_{omo}	1.54E-01	3.26E-02	6.59E-03	7.34E-03	1.80E-01	9.09E-03	1.23E-02
Check value	4.63E-02	9.78E-03	1.98E-03	2.20E-03	5.40E-02	2.73E-03	3.68E-03
$S_s \leq 0.3\sigma_{omo}$	VERO	VERO	VERO	VERO	VERO	VERO	VERO

Legend:

- S_w : standard deviation between the two tests of the same sample
- S_s : standard deviation between sample repetition tests calculated as described in point B3 of the ISO 13528:2022.
- σ_{omo} : 0.15 x average value of homogeneity
- Check value: $0.3 \times \sigma_{omo}$

Table 13: check stability A

s.a.	day 1 sample analysis 1a	day 1 sample analysis 1b	day 1 sample analysis 2a	day 1 sample analysis 2b	AVERAGE 1 (M_1)	day 2 sample analysis 3a	day 2 sample analysis 3b	day 2 sample analysis 4a	day 2 sample analysis 4b	AVERAGE 2 (M_2)
Benzovindiflupir	1.03	1.00	0.992	1.01	1.01	1.02	1.03	0.99	1.02	1.01
Clorantraniliprololo	0.244	0.242	0.238	0.254	0.245	0.259	0.253	0.254	0.251	0.254
Flonicamid	0.0477	0.0475	0.0477	0.0468	0.0474	0.0478	0.0464	0.0459	0.0460	0.0465
Isopirazam	0.0528	0.0522	0.0516	0.0511	0.0519	0.0525	0.0526	0.0517	0.0512	0.0520
Pirimetanil	1.17	1.17	1.14	1.16	1.16	1.15	1.15	1.15	1.16	1.15
Procloraz	0.0665	0.0671	0.0648	0.0671	0.0664	0.0675	0.0661	0.0666	0.0678	0.0670
Tiabendazolo	0.0705	0.0714	0.0697	0.0686	0.0701	0.0694	0.0679	0.0679	0.0687	0.0685

s.a.	$ M_1 - M_2 $	σ_{PT}	assessment
Benzovindiflupir	6.32E-03	0.252	Pass
Clorantraniliprololo	9.75E-03	0.0691	Pass
Flonicamid	9.00E-04	0.0125	Pass
Isopirazam	7.50E-05	0.0125	Pass
Pirimetanil	7.50E-03	0.360	Pass
Procloraz	6.25E-04	0.0196	Pass
Tiabendazolo	1.58E-03	0.0230	Pass

Notes: day 1 = shipping day
day 2 = 24 hours after day 1, stored at refrigerated temperature $3^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$
 σ_{PT} = standard deviation equal to 25% of the assigned value

Table 14: check stability B

s.a.	day 1 sample analysis 1a	day 1 sample analysis 1b	day 1 sample analysis 2a	day 1 sample analysis 2b	AVERAGE 1 (M_1)	day 3 sample analysis 5a	Day 3 sample analysis 5b	day 3 sample analysis 6a	day 3 sample analysis 6b	AVERAGE 3 (M_3)
Benzovindiflupir	1.03	1.00	0.992	1.01	1.01	1.07	0.922	0.963	0.968	0.981
Clorantraniliprololo	0.244	0.242	0.238	0.254	0.245	0.254	0.235	0.243	0.252	0.246
Flonicamid	0.0477	0.0475	0.0477	0.0468	0.0474	0.0476	0.0428	0.0447	0.0426	0.0444
Isopirazam	0.0528	0.0522	0.0516	0.0511	0.0519	0.0545	0.0515	0.0511	0.0534	0.0526
Pirimetanil	1.17	1.17	1.14	1.16	1.16	1.25	1.10	1.10	1.07	1.13
Procloraz	0.0665	0.0671	0.0648	0.0671	0.0664	0.0708	0.0628	0.0651	0.0646	0.0658
Tiabendazolo	0.0705	0.0714	0.0697	0.0686	0.0701	0.0737	0.0654	0.0663	0.0654	0.0677

s.a.	$ M_1 - M_3 $	σ_{PT}	assessment
Benzovindiflupir	2.66E-02	0.252	Pass
Clorantraniliprololo	1.50E-03	0.0691	Pass
Flonicamid	2.99E-03	0.0125	Pass
Isopirazam	6.96E-04	0.0125	Pass
Pirimetanil	3.07E-02	0.360	Pass
Procloraz	5.37E-04	0.0196	Pass
Tiabendazolo	2.35E-03	0.0230	Pass

Notes: day 1 = shipping day
day 3 = dead line: last day for delivery of results, sample stored at freezing temperature $-15^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$
 σ_{PT} = standard deviation equal to 25% of the assigned value

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 è ottenuto dalla media robusta dei risultati dei laboratori, calcolata con l'Algoritmo A, con l'esclusione dei soli valori anomali grossolani ovvi.

Nelle seguenti tabelle si riassumono:

- l'elenco dei parametri oggetto del test,
- il valore assegnato,
- la deviazione standard pari al 25% del valore assegnato
- 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 influente la descrizione della riferibilità metrologica.

Tabella 15: valore assegnato della concentrazione, std dev = 25% e metodo di valutazione

<i>parametri</i>	<i>media robusta (mg/kg)</i>	σ_{PT} Std dev 25%	$u_{(xPT)}$	$u_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$
Benzovindiflupir	1.01	0.252	0.0285	si
Clorantraniliprololo	0.276	0.0691	0.0057	si
Flonicamid	0.0500	0.0125	0.00090	si
Isopirazam	0.0499	0.0125	0.0011	si
Pirimetanil	1.44	0.360	0.0223	si
Procloraz	0.0784	0.0196	0.0011	si
Tiabendazolo	0.0921	0.0230	0.0019	si

Tabella 16: metodo di valutazione

<i>parametri</i>	<i>omogeneità</i>	<i>stabilità</i>	$u_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$	<i>metodo di valutazione</i>
Benzovindiflupir	Pass	Pass	Pass	z-score
Clorantraniliprololo	Pass	Pass	Pass	z-score
Flonicamid	Pass	Pass	Pass	z-score
Isopirazam	Pass	Pass	Pass	z-score
Pirimetanil	Pass	Pass	Pass	z-score
Procloraz	Pass	Pass	Pass	z-score
Tiabendazolo	Pass	Pass	Pass	z-score

13. List of active substances, assigned concentration value and standard deviation

The z-score is calculated using 25% of the assigned value as the standard deviation.

The assigned true value is obtained from the robust average of laboratory results, calculated with Algorithm A, with only obvious gross errors excluded.

The following tables summarize:

- the list of parameters being tested,
- the assigned value,
- the standard deviation equal to 25% of the assigned value
- the criterion adopted for evaluating performance, based on the relationship between the uncertainty associated with the parameter and the standard deviation of the PT.

The z'-score is calculated if one or more of the following conditions are not respected: homogeneity, stability, relationship between σ_{PT} and uncertainty $u_{(xPT)}$.

Since these are consensus values, the description of metrological traceability is considered irrelevant.

Table 17: assigned value of concentration, std dev = 25% and evaluation method

<i>parameters</i>	<i>robust mean (mg/kg)</i>	σ_{PT} Std dev 25%	$u_{(xPT)}$	$u_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$
Benzovindiflupir	1.01	0.252	0.0285	yes
Clorantraniliprololo	0.276	0.0691	0.0057	yes
Flonicamid	0.0500	0.0125	0.00090	yes
Isopirazam	0.0499	0.0125	0.0011	yes
Pirimetanil	1.44	0.360	0.0223	yes
Procloraz	0.0784	0.0196	0.0011	yes
Tiabendazolo	0.0921	0.0230	0.0019	yes

Table 18: evaluation method

<i>parameters</i>	<i>homogeneity</i>	<i>stability</i>	$u_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$	<i>evaluation method</i>
Benzovindiflupir	Pass	Pass	Pass	z-score
Clorantraniliprololo	Pass	Pass	Pass	z-score
Flonicamid	Pass	Pass	Pass	z-score
Isopirazam	Pass	Pass	Pass	z-score
Pirimetanil	Pass	Pass	Pass	z-score
Procloraz	Pass	Pass	Pass	z-score
Tiabendazolo	Pass	Pass	Pass	z-score

14. Valutazione adeguatezza del metodo

In conformità al punto B1.1 della norma ISO 13528:2022, 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 19: valutazione adeguatezza del metodo

Sostanza attiva	media robusta (mg/kg)	$S_{rval\ ARPAE}$	$\frac{S_{rval\ ARPAE}}{\sigma_{PT}}$	Valutazione
Benzovindiflupir	1.01	0.00523	0.02	Pass
Clorantraniliprolo	0.276	0.00277	0.04	Pass
Flonicamid	0.0500	0.00062	0.05	Pass
Isopirazam	0.0499	0.00125	0.10	Pass
Pirimetanil	1.44	0.00131	0.00	Pass
Procloraz	0.0784	0.00245	0.13	Pass
Tiabendazolo	0.0921	0.00250	0.11	Pass

14. Evaluation of the adequacy of the method

In compliance with point B1.1 - ISO 13528:2022, for each parameter, it is required to evaluate whether the repeatability deviation of the laboratory that performed the homogeneity analyses, calculated at a concentration level close to that of the active substance, object of evaluation, is sufficiently small to be able to evaluate non-homogeneity effects. The following relationship is used:

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

Where:

- $S_{rval\ ARPAE}$: represents the standard deviation obtained during validation by the PTP
- σ_{PT} : standard deviation equal to 25% of the robust mean

Table 20: evaluation of the adequacy of the method

Active substance	robust mean (mg/kg)	$S_{rval\ ARPAE}$	$\frac{S_{rval\ ARPAE}}{\sigma_{PT}}$	Evaluation
Benzovindiflupir	1.01	0.00523	0.02	Pass
Clorantraniliprolo	0.276	0.00277	0.04	Pass
Flonicamid	0.0500	0.00062	0.05	Pass
Isopirazam	0.0499	0.00125	0.10	Pass
Pirimetanil	1.44	0.00131	0.00	Pass
Procloraz	0.0784	0.00245	0.13	Pass
Tiabendazolo	0.0921	0.00250	0.11	Pass

Tabella 21: risultati dai laboratori in mg/kg - laboratory results in mg/kg

s.a.	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
23	1.134	0.302	0.056	0.054	1.528	0.084	0.099
47	ND	0.28	0.049	ND	1.45	0.083	0.09
56	ND	0.25	0.04	0.05	1.4	0.07	0.1
64	0.64	0.31	0.058	0.055	1.6	0.095	0.1
79	1.09	0.27	0.047	0.046	1.32	0.077	0.09
107	0.9746	0.266	0.044	0.0452	1.385	0.073	0.082
125	1.150	0.320	0.055	0.053	1.550	0.080	0.100
139	1.0	0.31	0.063	0.047	1.5	0.081	0.10
140							
183	1.10	0.304	0.0511	0.0456	1.45	0.0735	0.0943
190	1.096	0.304	0.056	0.055	1.514	0.081	0.103
199	0.709	0.334	0.053	0.062	1.45	0.095	0.105
230	1.05	0.28	0.049	0.05	1.35	0.084	0.095
236	ND	0.258	0.046	0.043	1.45	ND	ND
241	0.9446	0.2547	0.051	0.0511	1.328	0.0742	0.0929
314	1.02	0.27	0.05	0.05	1.32	0.08	0.09
331	ND	0.293	ND	0.052	1.49	0.081	ND
363	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
371	ND	0.268	0.046	ND	ND	0.072	0.086
391	ND	0.274	0.052	0.047	1.332	0.075	0.082
398	ND	0.296	0.052	ND	1.48	ND	0.102
405	ND	0.281	0.0520	0.0540	1.39	0.0770	0.0910
432	ND	ND	ND	ND	1.43	0.075	0.09
440	1.145	0.307	0.054	0.05	1.5	0.078	0.105
449	1.23	0.244	0.048	0.047	1.56	0.071	0.088
450	0.891	0.297	0.049	0.047	1.325	0.073	0.089
473	0.95	0.23	0.049	0.051	1.3	0.081	0.091
481	ND	0.423	0.057	0.052	1.49	0.075	0.109
499	0.85	0.3	0.05	0.05	1.5	0.08	0.1
503	ND	0.15	NR	ND	0.5	ND	0.04
546	1.165	NR	0.047	0.054	1.448	0.087	0.084
550	1.087	0.263	0.047	0.050	1.318	0.075	0.093
566	0.553	0.267	0.051	0.057	1.243	0.081	0.093
569	ND	ND	0.0379	0.0401	ND	0.0582	0.0623
594	ND	ND	0.043	0.043	2.06	0.06	0.063
604	1.088	0.289	0.059	0.047	1.386	0.081	0.085
625	ND	0.22	0.04	ND	1.27	0.058	0.07
646	ND	0.21	ND	0.036	1.45	0.057	ND
699	NR	270.05	ND	ND	1266.24	ND	80.32
700	NR	0.252	0.047	0.043	1.8	0.082	0.099
726	0.96	0.24	0.05	0.046	1.2	0.08	0.074
733	0.959	0.272	0.043	0.055	1.828	0.089	0.093
789	ND	0.26	0.050	0.052	1.4	0.079	0.092
790	0.885	0.254	0.058	0.079	1.423	0.079	0.103
796	1	0.27	0.048	0.046	1.5	0.075	0.091
878	ND	0.33	0.055	ND	1.62	0.085	0.1
891	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.0744
917	1.122	0.261	0.049	0.058	1.507	0.077	0.095
926	0.904	0.266	0.042	0.033	1.324	0.073	0.079
946	0.986	0.296	0.052	0.081	1.483	0.101	0.102
962	ND	0.248	0.038	ND	1.40	ND	0.077
968	0.99	0.295	0.058	0.053	1.55	0.082	0.105
995	1.038	0.283	0.05	0.045	1.63	0.08	0.102

15. Errori grossolani ovvi

Di seguito sono riportati i valori grossolani ovvi

Codice laboratorio	Parametro	Valore
699	Clorantraniliprololo	270.05
699	Pirimetanil	1266.24
699	Tiabendazolo	80.32

Di seguito è riportata la statistica dei dati ricevuti dai laboratori partecipanti, previa rimozione dei dati grossolani ovvi.

Tabella 22: statistica risultati ricevuti dai laboratori

Statistica	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
Media Robusta (mg/kg)	1.01	0.276	0.0500	0.0499	1.44	0.0784	0.0921
Mediana (m _{Lab}) (mg/kg)	1.00	0.273	0.0500	0.0500	1.45	0.0790	0.0930
num. misure (n)	30	46	45	41	48	45	48
gradi di libertà (gdl)	29	45	44	40	47	44	47
n° lab. con nr	2	1	1	0	0	0	0
n° lab. con nd	20	5	6	11	4	7	4
n° lab. con errori grossolani	0	1	0	0	1	0	1
valore minimo (vm _{Lab}) (mg/kg)	0.553	0.15	0.04	0.033	0.5	0.057	0.04
valore massimo (VM _{Lab}) (mg/kg)	1.23	270.05	0.063	0.081	1266.24	0.101	80.32
ds robusta	0.125	0.0307	0.0050	0.0058	0.122	0.0061	0.0105
Std dev 25%	0.252	0.0691	0.0125	0.0125	0.360	0.0196	0.0230
Incertezza (u _{XPT})	0.0285	0.00570	0.00090	0.0011	0.0223	0.0011	0.0019
dev. std. media (Sm _{Lab})	2.80E-02	5.86E+00	8.48E-04	1.37E-03	2.63E+01	1.32E-03	1.67E+00
Varianza	2.35E-02	1.58E+03	3.24E-05	7.72E-05	3.33E+04	7.79E-05	1.34E+02
Giustezza (Giu. Lab)	2.39E-02	-9.44E-03	-1.18E-03	5.26E-04	2.14E-02	3.35E-04	-6.08E-03

Come previsto al p.to 12 dall'All 6 della I40901/PT "Linea guida PT 2023-Fitofarmaci e Nitrati ARPAE" non va riportato alcun risultato se una sostanza attiva non viene ricercata, non viene riscontrata all'analisi, o viene riscontrata al di sotto del LOQ del laboratorio. Sono stati esclusi dalla trattazione statistica i valori restituiti dai laboratori presenti nella tabella sottostante.

Codice laboratorio	Sostanza attiva	concentrazione	LOQ dichiarato
499	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.009 mg/kg	0.01 mg/kg

Considerando l'incertezza di misura, prevista dal documento SANTE 11312/2021 "Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed", la media dei valori riportati nella tabella sottostante, risulta inferiore al LOQ del Proficiency Test Provider pari a 0.01 mg/kg. Sono stati esclusi dalla trattazione statistica i valori restituiti dai laboratori presenti nella tabella sottostante.

Codice laboratorio	Sostanza attiva	concentrazione	LOQ dichiarato
64	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.015 mg/kg	0.01 mg/kg
199	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.012 mg/kg	0.01 mg/kg
450	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.012 mg/kg	0.01 mg/kg
566	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.007 mg/kg	0.005 mg/kg

15. Obvious gross errors

Below are the obvious gross values

Laboratory code	Parameter	Value
699	Clorantraniliprolo	270.05
699	Pirimetanil	1266.24
699	Tiabendazolo	80.32

Below is the statistics of the data received from the participating laboratories, after removing obvious coarse data

Table 23: statistics of results received from laboratories

statistics	Benzovindiflupir	Clorantraniliprolo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo
Robust Mean (mg/kg)	1.01	0.276	0.0500	0.0499	1.44	0.0784	0.0921
Median $(m_{Lab}) (mg/kg)$	1.00	0.273	0.0500	0.0500	1.45	0.0790	0.0930
num. measures (n)	30	46	45	41	48	45	48
degrees of freedom (gdl)	29	45	44	40	47	44	47
n° lab. con nr	2	1	1	0	0	0	0
n° lab. con nd	20	5	6	11	4	7	4
n° lab. obvious gross values	0	1	0	0	1	0	1
minimum value $(vm_{Lab}) (mg/kg)$	0.553	0.15	0.04	0.033	0.5	0.057	0.04
maximum value $(VM_{Lab}) (mg/kg)$	1.23	270.05	0.063	0.081	1266.24	0.101	80.32
ds robust	0.125	0.0307	0.0050	0.0058	0.122	0.0061	0.0105
Std dev 25%	0.252	0.0691	0.0125	0.0125	0.360	0.0196	0.0230
uncertainty $(u_{(XPT)})$	0.0285	0.00570	0.00090	0.0011	0.0223	0.0011	0.0019
dev. std. mean (Sm_{Lab})	2.80E-02	5.86E+00	8.48E-04	1.37E-03	2.63E+01	1.32E-03	1.67E+00
Variance	2.35E-02	1.58E+03	3.24E-05	7.72E-05	3.33E+04	7.79E-05	1.34E+02
Truenness $(Giu. arpae)$	2.39E-02	-9.44E-03	-1.18E-03	5.26E-04	2.14E-02	3.35E-04	-6.08E-03

As provided for in point 12 of Annex 6 of I40901/PT "Guideline PT 2023 - ARPAE Pesticides and Nitrates" *no results should be reported if an active substance is not searched for, is not found during the analysis, or is found below the laboratory's LOQ.* The values returned by the laboratories in the table below were excluded from the statistical treatment.

Laboratory code	Active substance	Concentration	LOQ declared
499	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.009 mg/kg	0.01 mg/kg

Considering the measurement uncertainty, foreseen by the SANTE document 11312/2021 "Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed", the average of the values reported in the table below, is lower than the LOQ of the Proficiency Test Provider equal to 0.01 mg/kg. The values returned by the laboratories in the table below were excluded from the statistical treatment.

Laboratory code	Active substance	Concentration	LOQ declared
64	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.015 mg/kg	0.01 mg/kg
199	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.012 mg/kg	0.01 mg/kg
450	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.012 mg/kg	0.01 mg/kg
566	Protioconazolo (Protioconazolo destio (somma di isomeri))	0.007 mg/kg	0.005 mg/kg

Analisi statistica dei dati per parametro - Statistical analysis of data by parameter

Tabella 24: risultati Benzovindiflupir (in mg/kg) - Table 13 results Benzovindiflupir (in mg/kg)

codice laboratorio - <i>laboratory code</i>	Benzovindiflupir
23	1.134
47	ND
56	ND
64	0.64
79	1.09
107	0.9746
125	1.150
139	1.0
140	
183	1.10
190	1.096
199	0.709
230	1.05
236	ND
241	0.9446
314	1.02
331	ND
363	ND
371	ND
391	ND
398	ND
405	ND
432	ND
440	1.145
449	1.23
450	0.891
473	0.95
481	ND
499	0.85
503	ND
546	1.165
550	1.087
566	0.553
569	ND
594	ND
604	1.088
625	ND
646	ND
699	NR
700	NR
726	0.96
733	0.959
789	ND
790	0.885
796	1
878	ND
891	ND
917	1.122
926	0.904
946	0.986
962	ND
968	0.99
995	1.038

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 5: Benzovindiflupir - Graph 5: Benzovindiflupir

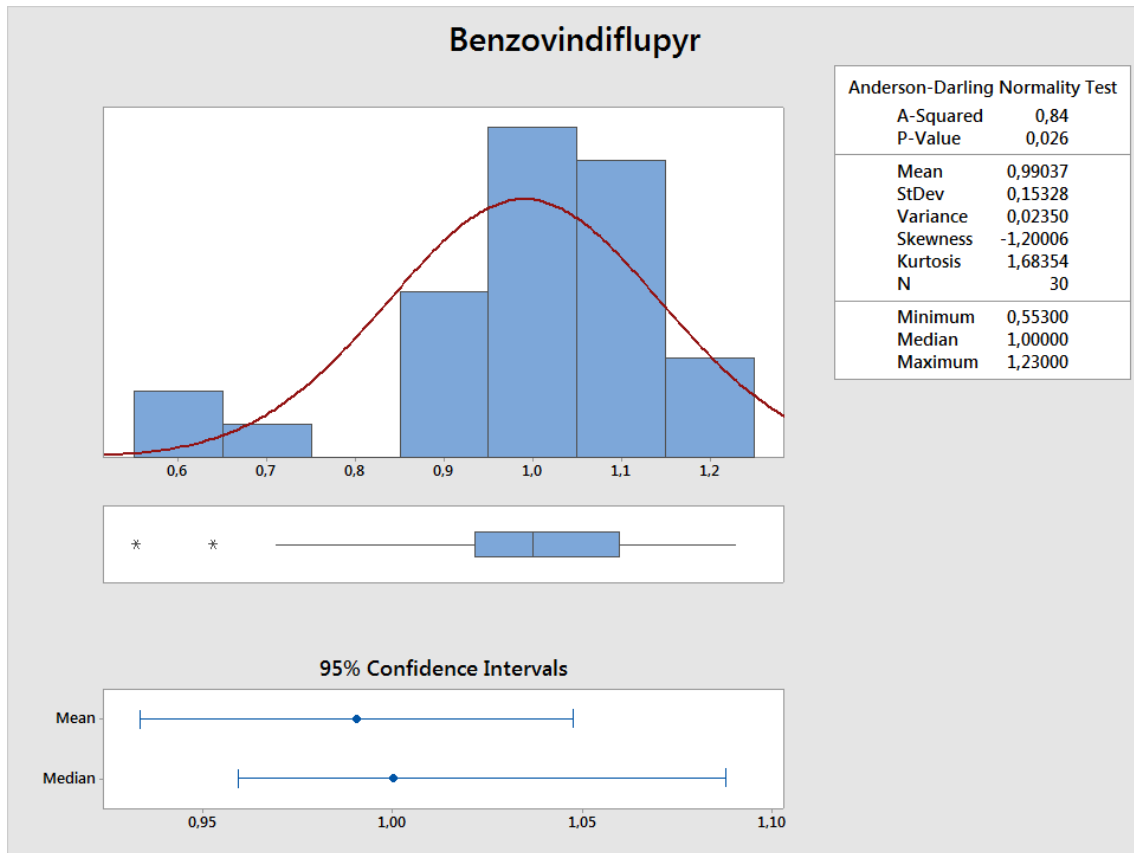


Grafico 6: Box plot Benzovindiflupir - Graph 6: Box plot Benzovindiflupir

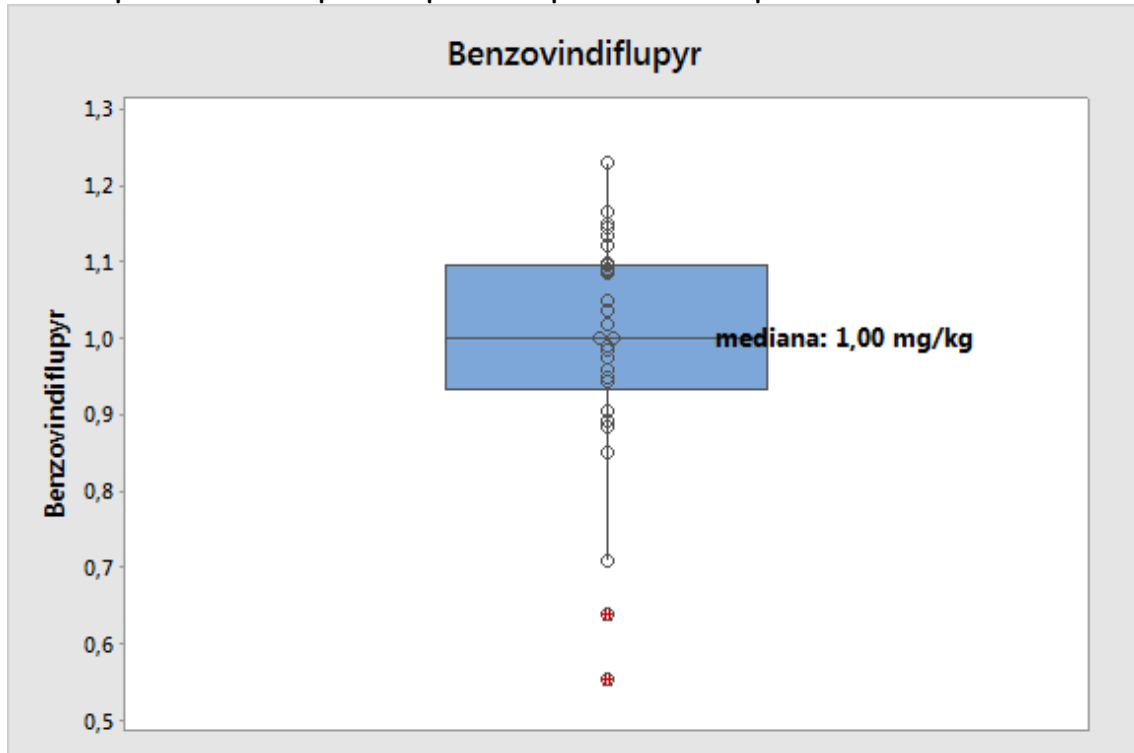


Grafico 7: Benzovindiflupir - z-score - Graph 7: Benzovindiflupir - z-score

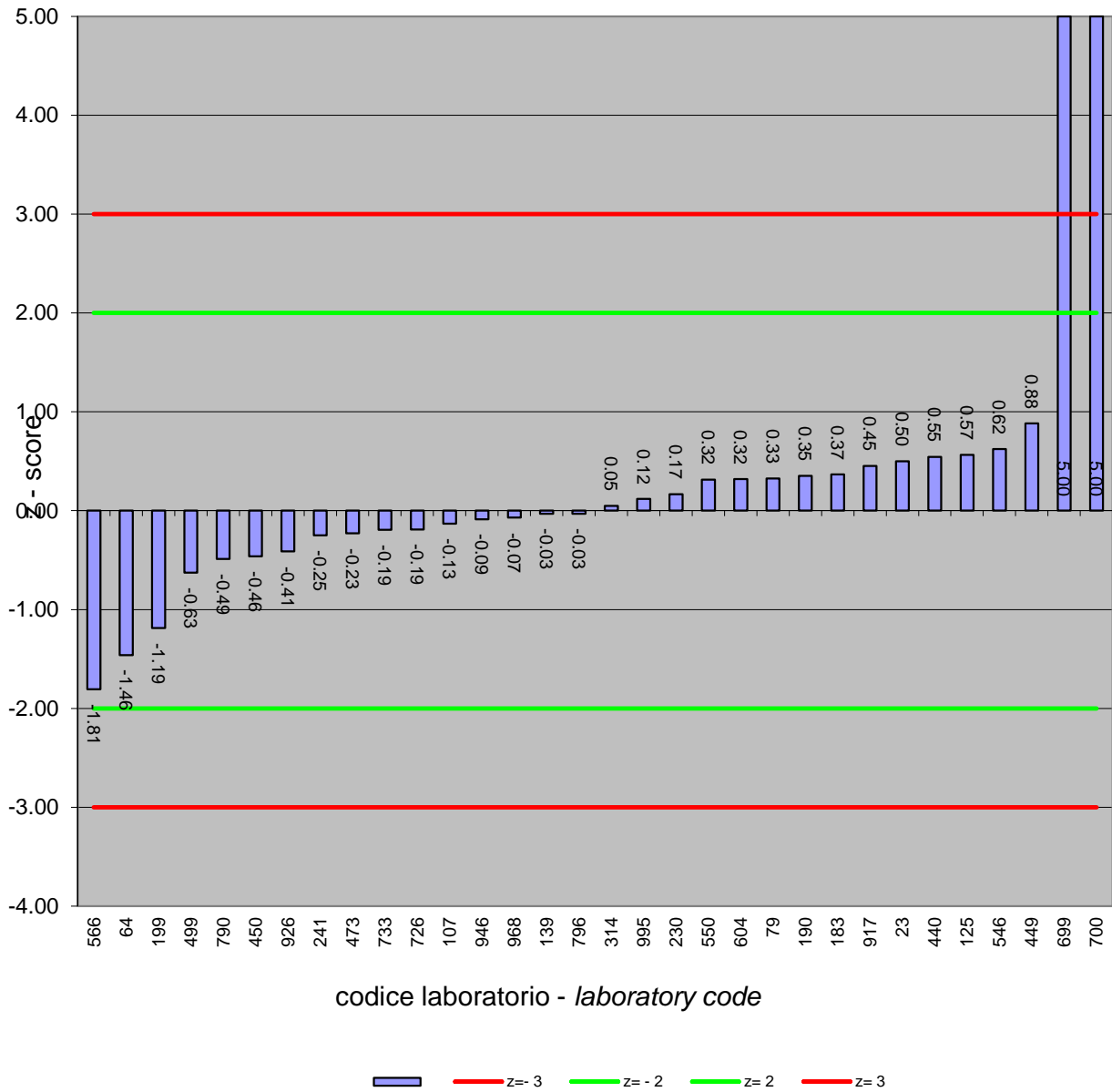


Tabella 25: risultati Clorantraniliprololo (in mg/kg) - Table 14 results Clorantraniliprololo (in mg/kg)

codice laboratorio - <i>laboratory code</i>	Clorantraniliprololo
23	0.302
47	0.28
56	0.25
64	0.31
79	0.27
107	0.266
125	0.320
139	0.31
140	
183	0.304
190	0.304
199	0.334
230	0.28
236	0.258
241	0.2547
314	0.27
331	0.293
363	ND
371	0.268
391	0.274
398	0.296
405	0.281
432	ND
440	0.307
449	0.244
450	0.297
473	0.23
481	0.423
499	0.3
503	0.15
546	NR
550	0.263
566	0.267
569	ND
594	ND
604	0.289
625	0.22
646	0.21
699	270.05
700	0.252
726	0.24
733	0.272
789	0.26
790	0.254
796	0.27
878	0.33
891	ND
917	0.261
926	0.266
946	0.296
962	0.248
968	0.295
995	0.283

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 8: Clorantranilipolo - Graph 8: Clorantranilipolo

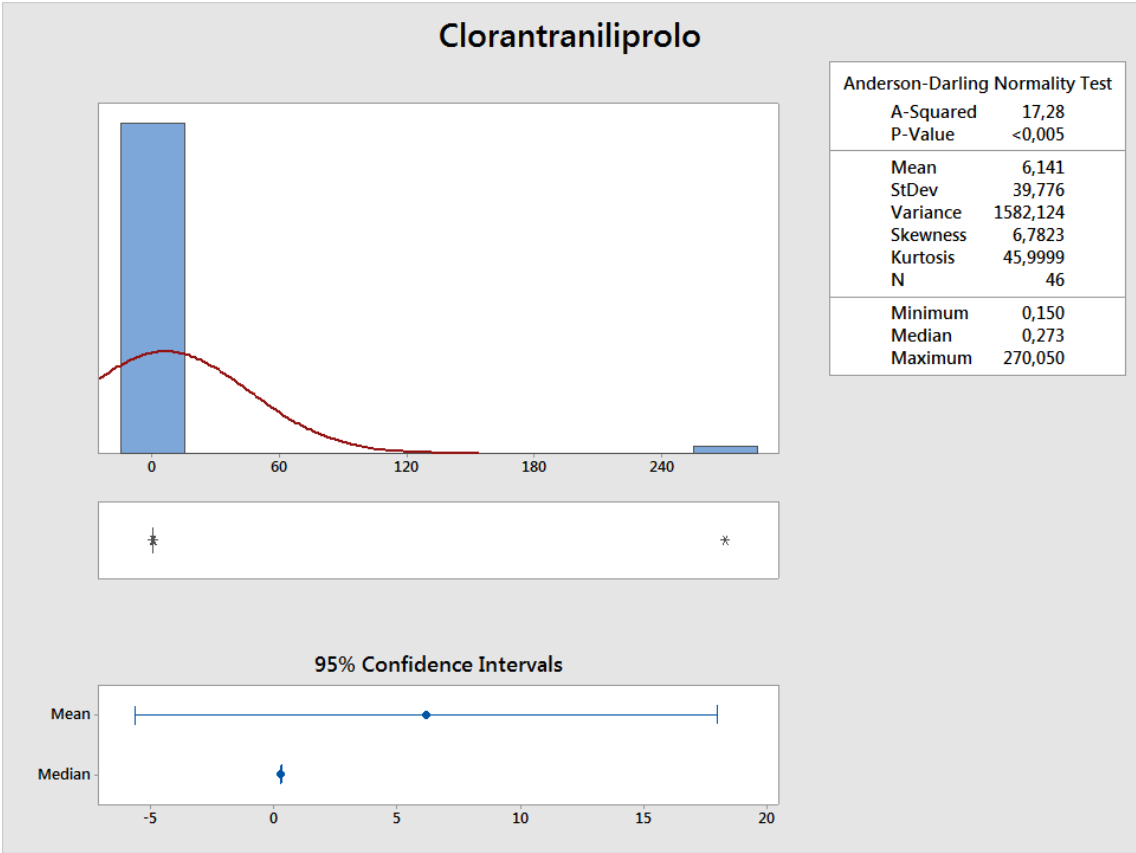


Grafico 9: Box plot Clorantranilipolo - Graph 9: Box plot Clorantranilipolo

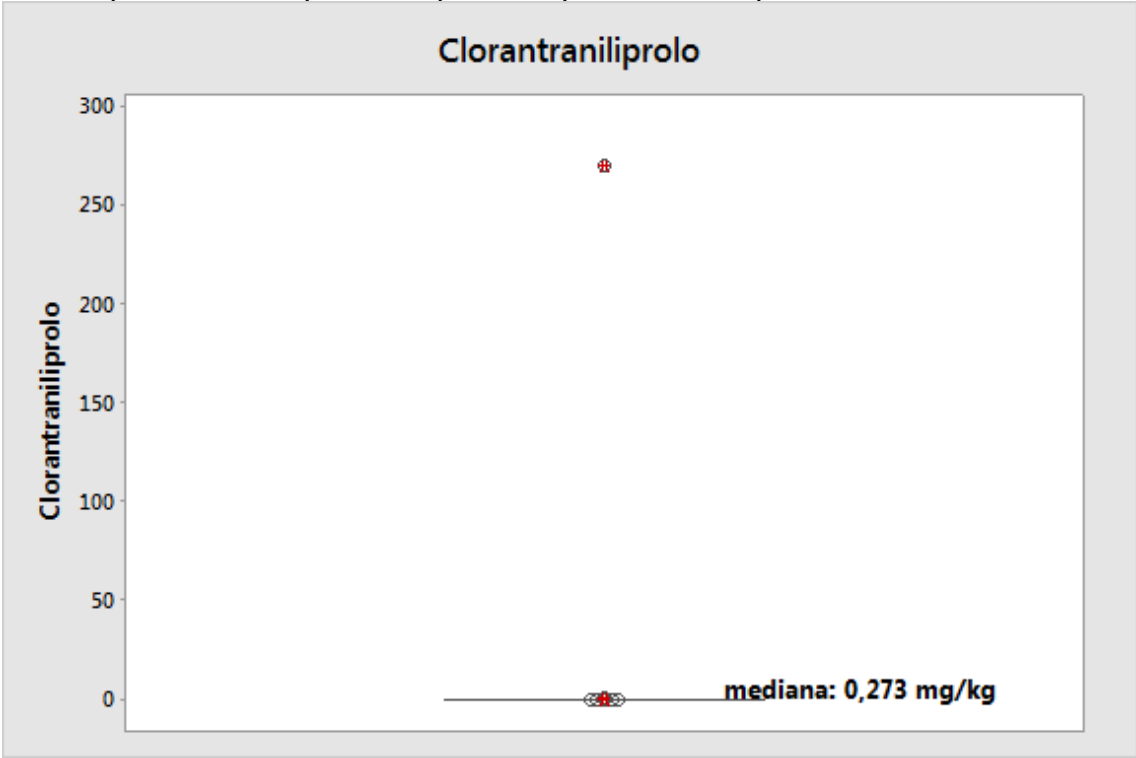


Grafico 10: Clorantraniliprololo - z-score - Graph 10: Clorantraniliprololo - z-score

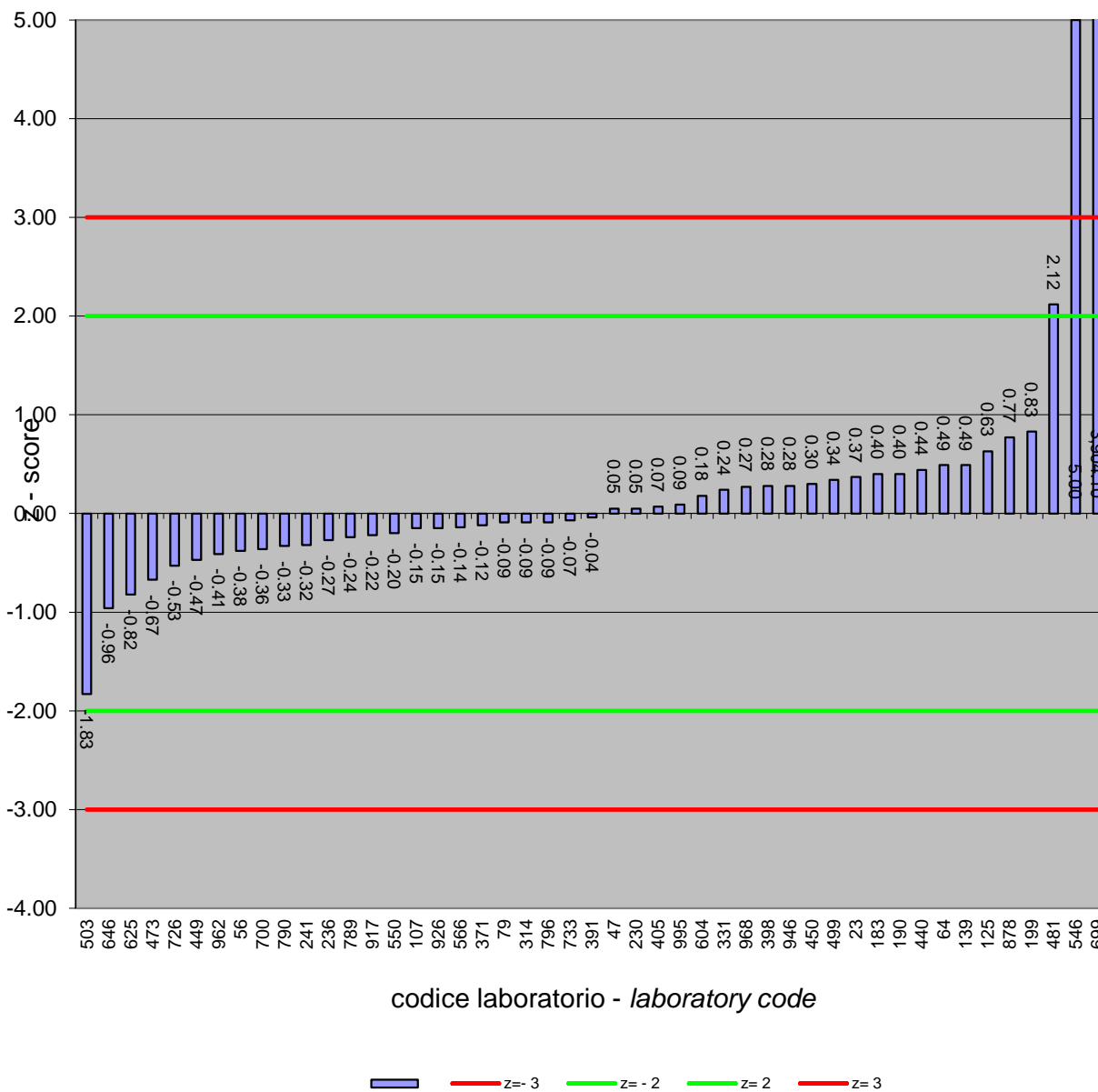


Tabella 26: risultati Flonicamid (in mg/kg) - Table 15 results Flonicamid (in mg/kg)

codice laboratorio - laboratory code	Flonicamid
23	0.056
47	0.049
56	0.04
64	0.058
79	0.047
107	0.044
125	0.055
139	0.063
140	
183	0.0511
190	0.056
199	0.053
230	0.049
236	0.046
241	0.051
314	0.05
331	ND
363	ND
371	0.046
391	0.052
398	0.052
405	0.0520
432	ND
440	0.054
449	0.048
450	0.049
473	0.049
481	0.057
499	0.05
503	NR
546	0.047
550	0.047
566	0.051
569	0.0379
594	0.043
604	0.059
625	0.04
646	ND
699	ND
700	0.047
726	0.05
733	0.043
789	0.050
790	0.058
796	0.048
878	0.055
891	ND
917	0.049
926	0.042
946	0.052
962	0.038
968	0.058
995	0.05

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico11: Flonicamid - Graph 11: Flonicamid

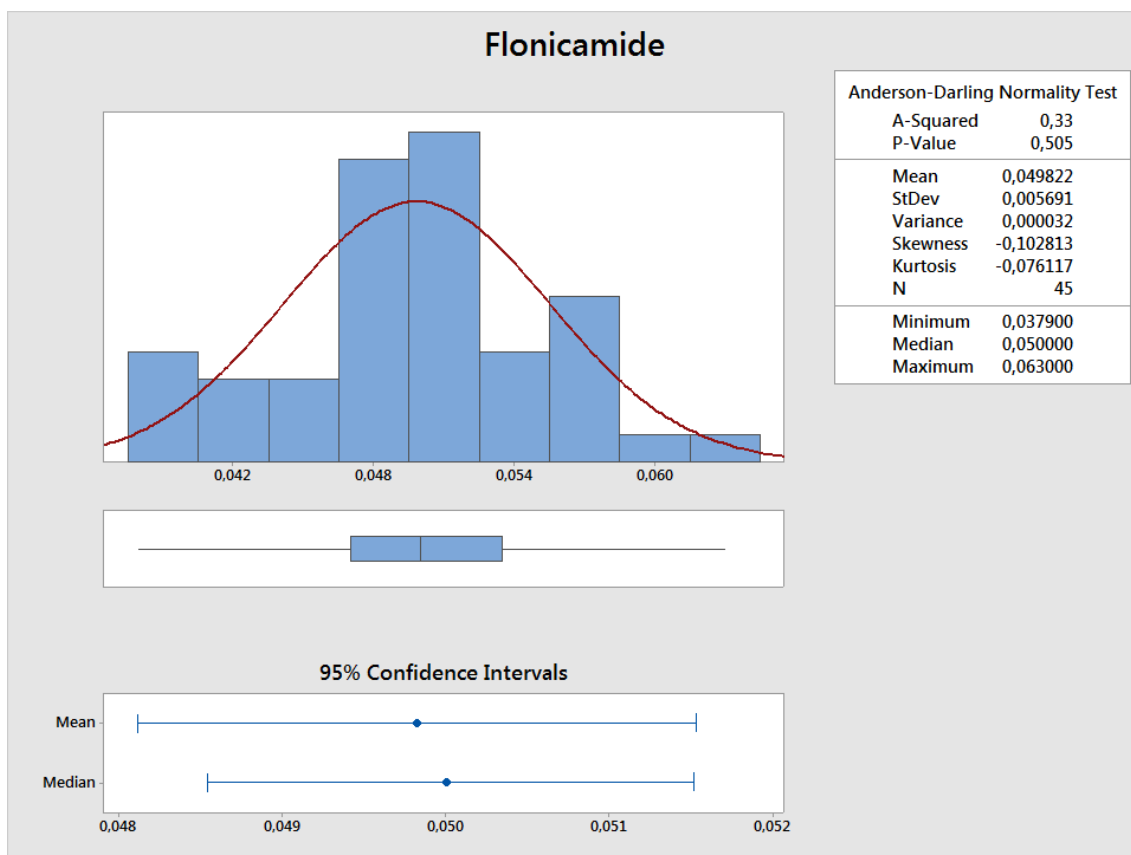


Grafico12: Box plot Flonicamid - Graph 12: Box plot Flonicamid

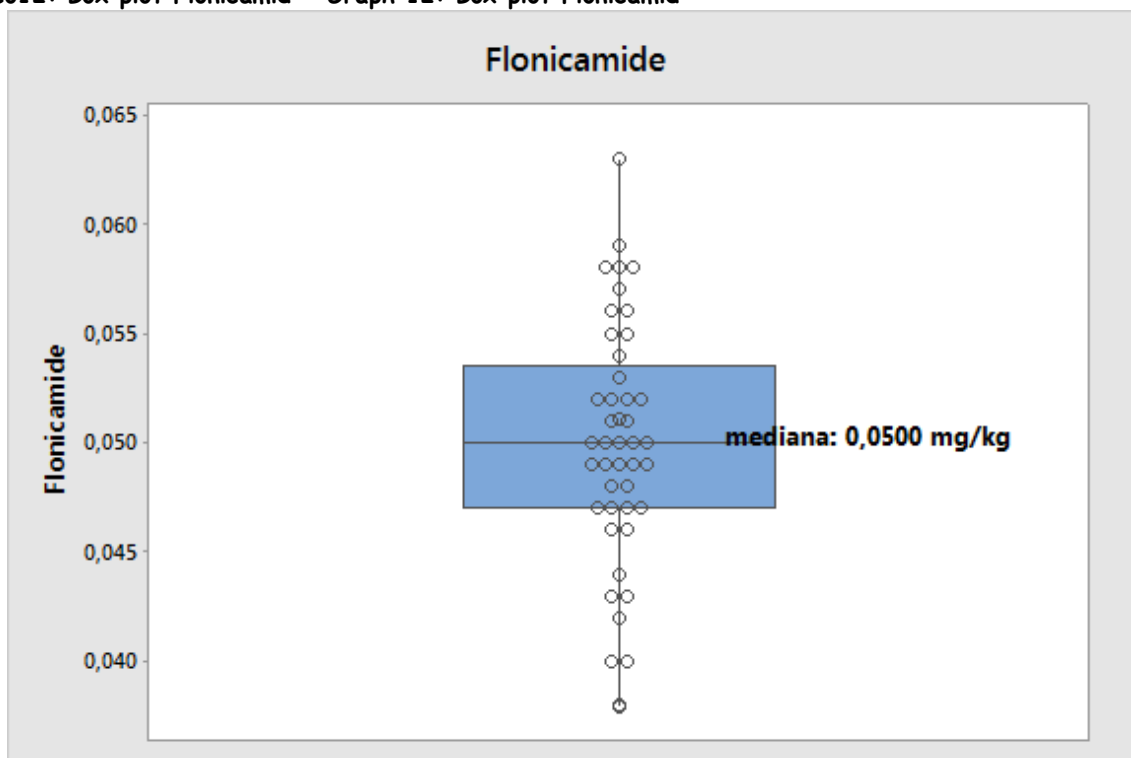


Grafico 13: Flonicamid -z-score - Graph 13: Flonicamid -z-score

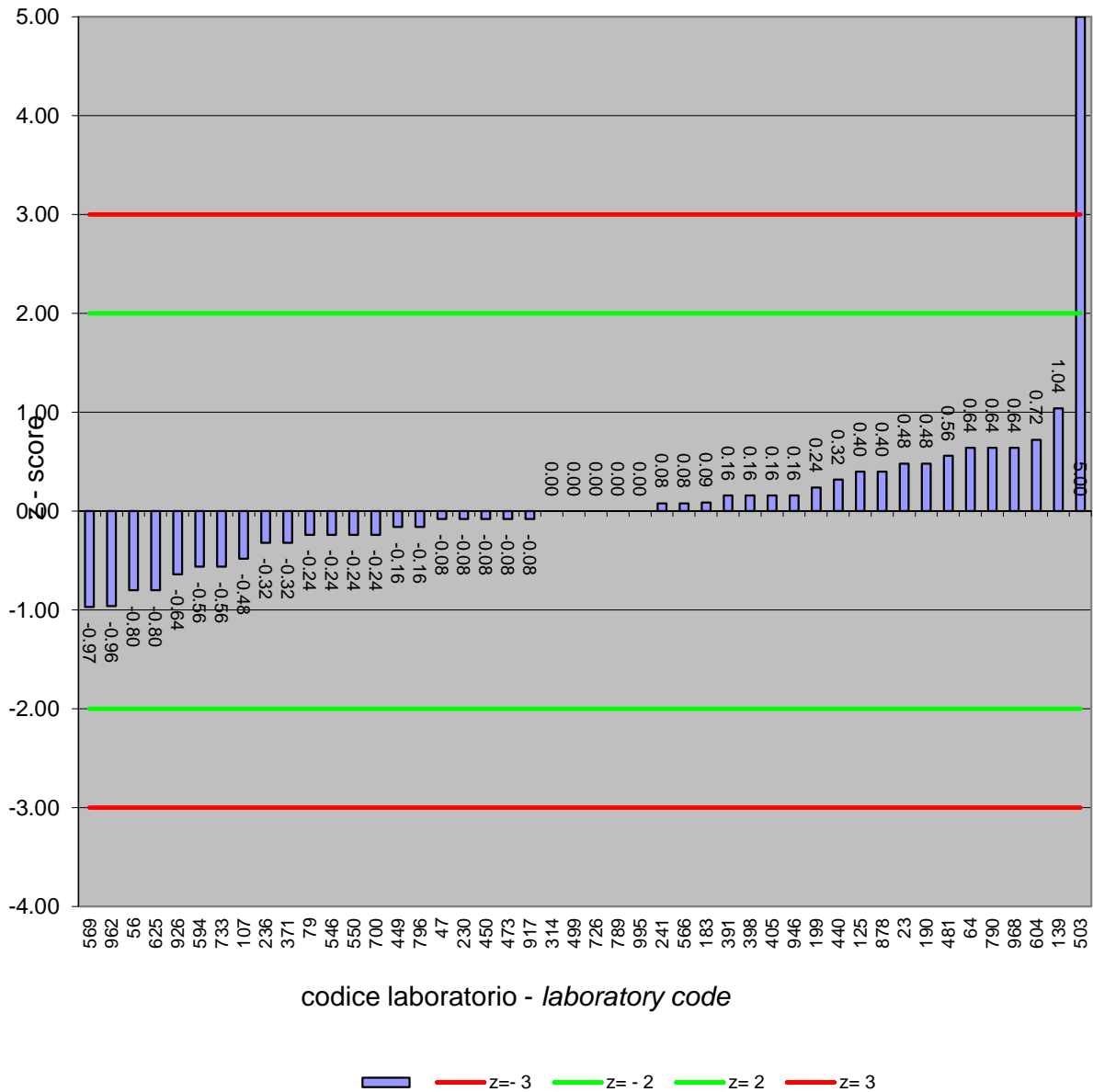


Tabella 27: risultati Isopirazam (in mg/kg) - Table 16 results Isopirazam (in mg/kg)

codice laboratorio - laboratory code	Isopirazam
23	0.054
47	ND
56	0.05
64	0.055
79	0.046
107	0.0452
125	0.053
139	0.047
140	
183	0.0456
190	0.055
199	0.062
230	0.05
236	0.043
241	0.0511
314	0.05
331	0.052
363	ND
371	ND
391	0.047
398	ND
405	0.0540
432	ND
440	0.05
449	0.047
450	0.047
473	0.051
481	0.052
499	0.05
503	ND
546	0.054
550	0.050
566	0.057
569	0.0401
594	0.043
604	0.047
625	ND
646	0.036
699	ND
700	0.043
726	0.046
733	0.055
789	0.052
790	0.079
796	0.046
878	ND
891	ND
917	0.058
926	0.033
946	0.081
962	ND
968	0.053
995	0.045

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 14: Isopirazam - Graph 14: Isopirazam

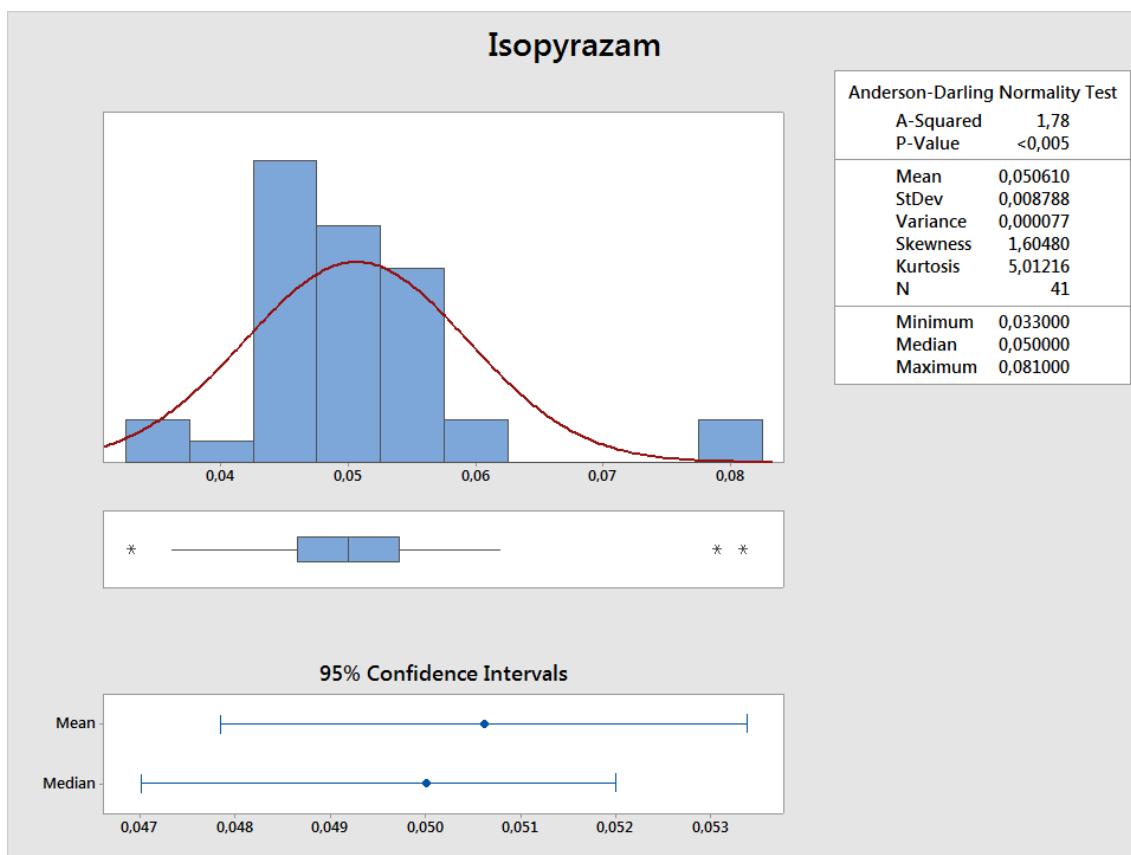


Grafico 15: Box plot Isopirazam - Graph 15: Box plot Isopirazam

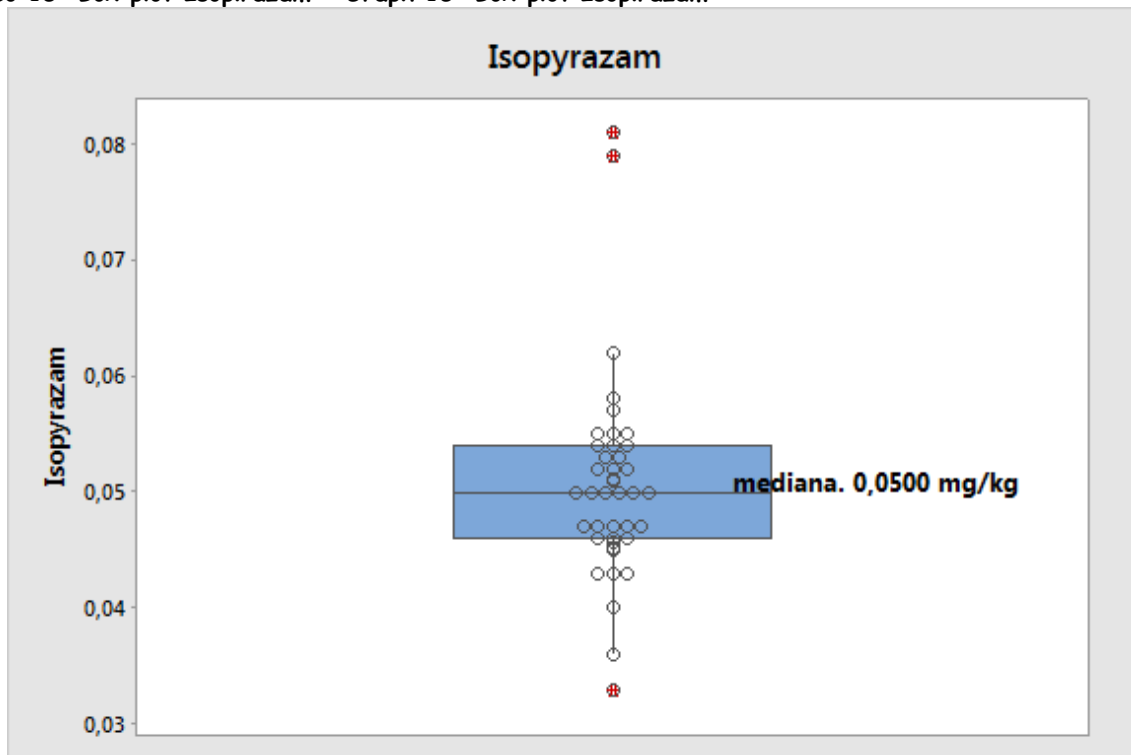


Grafico 16: Isopirazam - z-score - Graph 16: Isopirazam - z-score

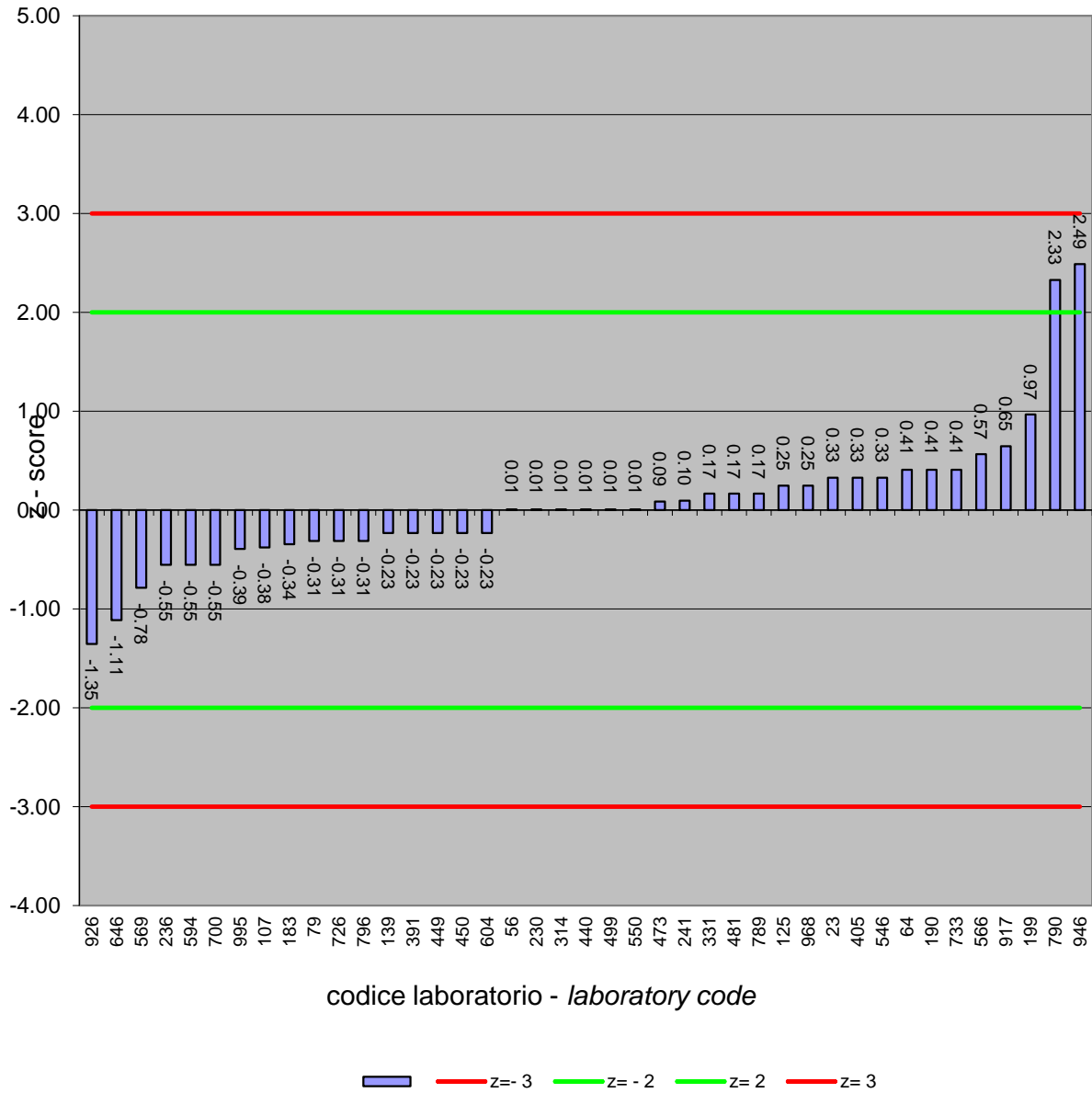


Tabella 28: risultati Pirimetanil (in mg/kg) - Table 17 results Pirimetanil (in mg/kg)

codice laboratorio - <i>laboratory code</i>	Pirimetanil
23	1.528
47	1.45
56	1.4
64	1.6
79	1.32
107	1.385
125	1.550
139	1.5
140	
183	1.45
190	1.514
199	1.45
230	1.35
236	1.45
241	1.328
314	1.32
331	1.49
363	ND
371	ND
391	1.332
398	1.48
405	1.39
432	1.43
440	1.5
449	1.56
450	1.325
473	1.3
481	1.49
499	1.5
503	0.5
546	1.448
550	1.318
566	1.243
569	ND
594	2.06
604	1.386
625	1.27
646	1.45
699	1266.24
700	1.8
726	1.2
733	1.828
789	1.4
790	1.423
796	1.5
878	1.62
891	ND
917	1.507
926	1.324
946	1.483
962	1.40
968	1.55
995	1.63

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico17: Pirimetanil - Graph 17: Pirimetanil

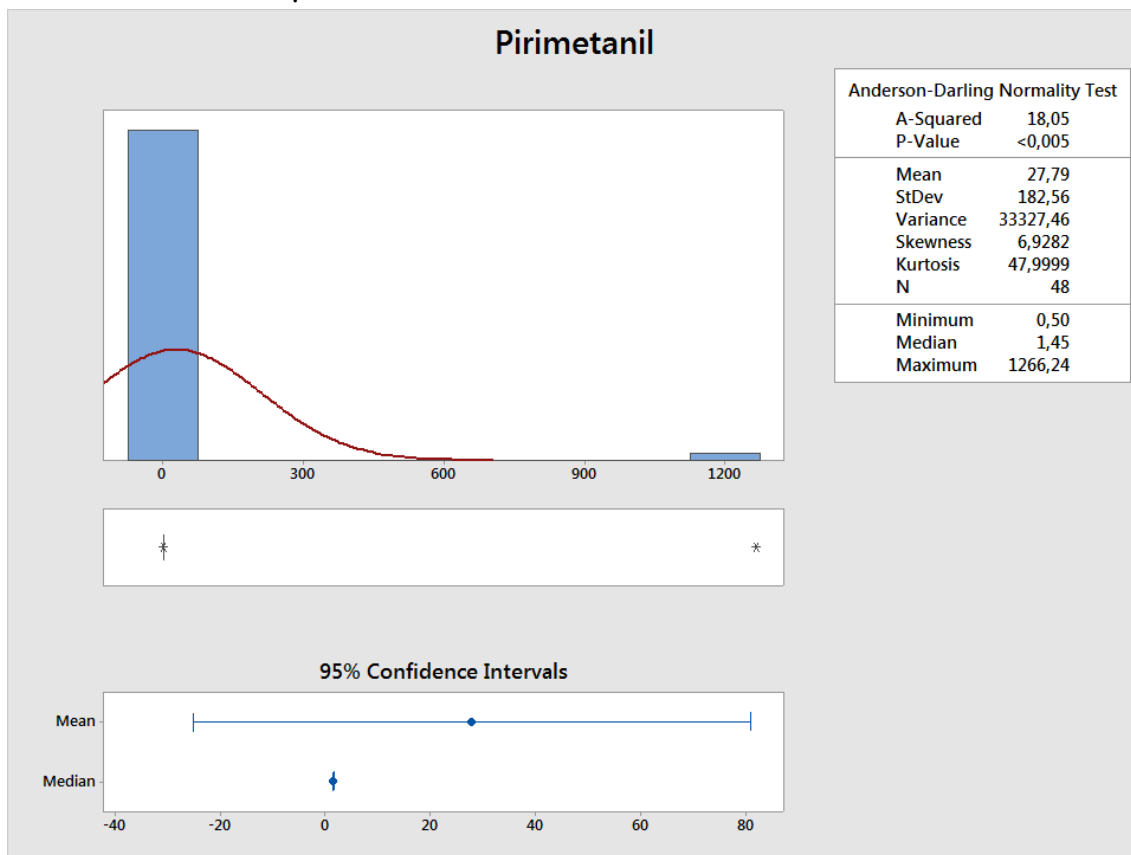


Grafico18: Box plot Pirimetanil - Graph 17: Pirimetanil

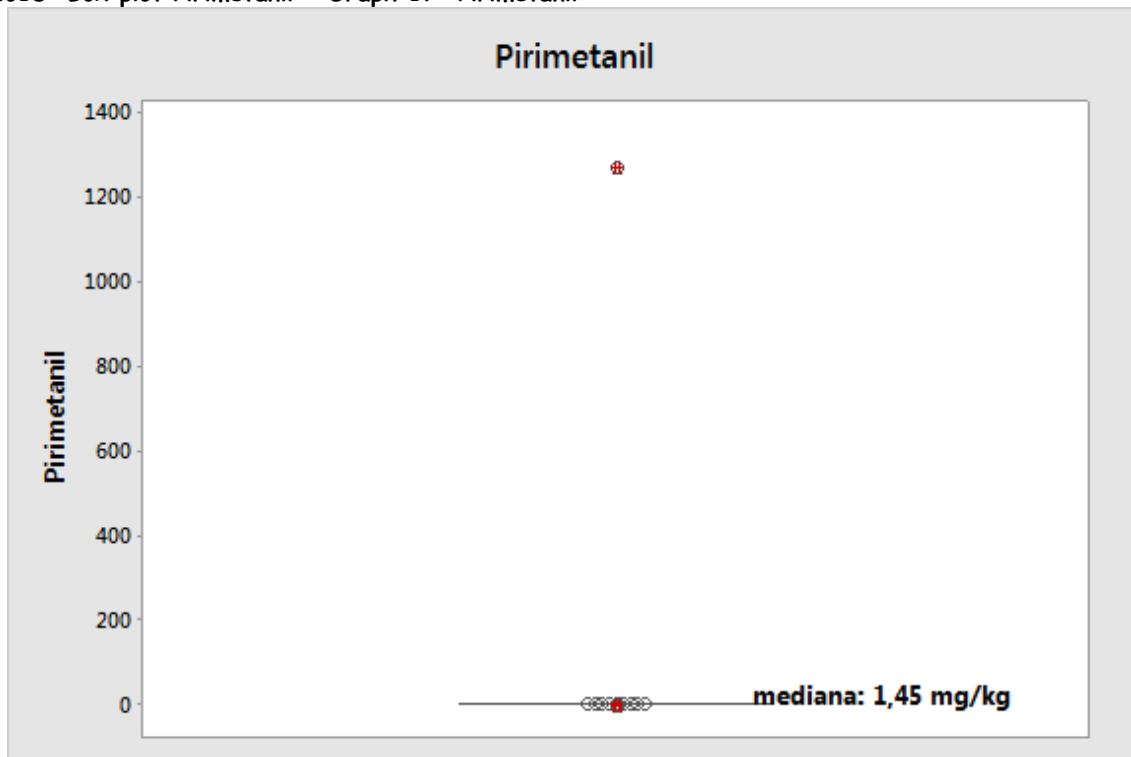
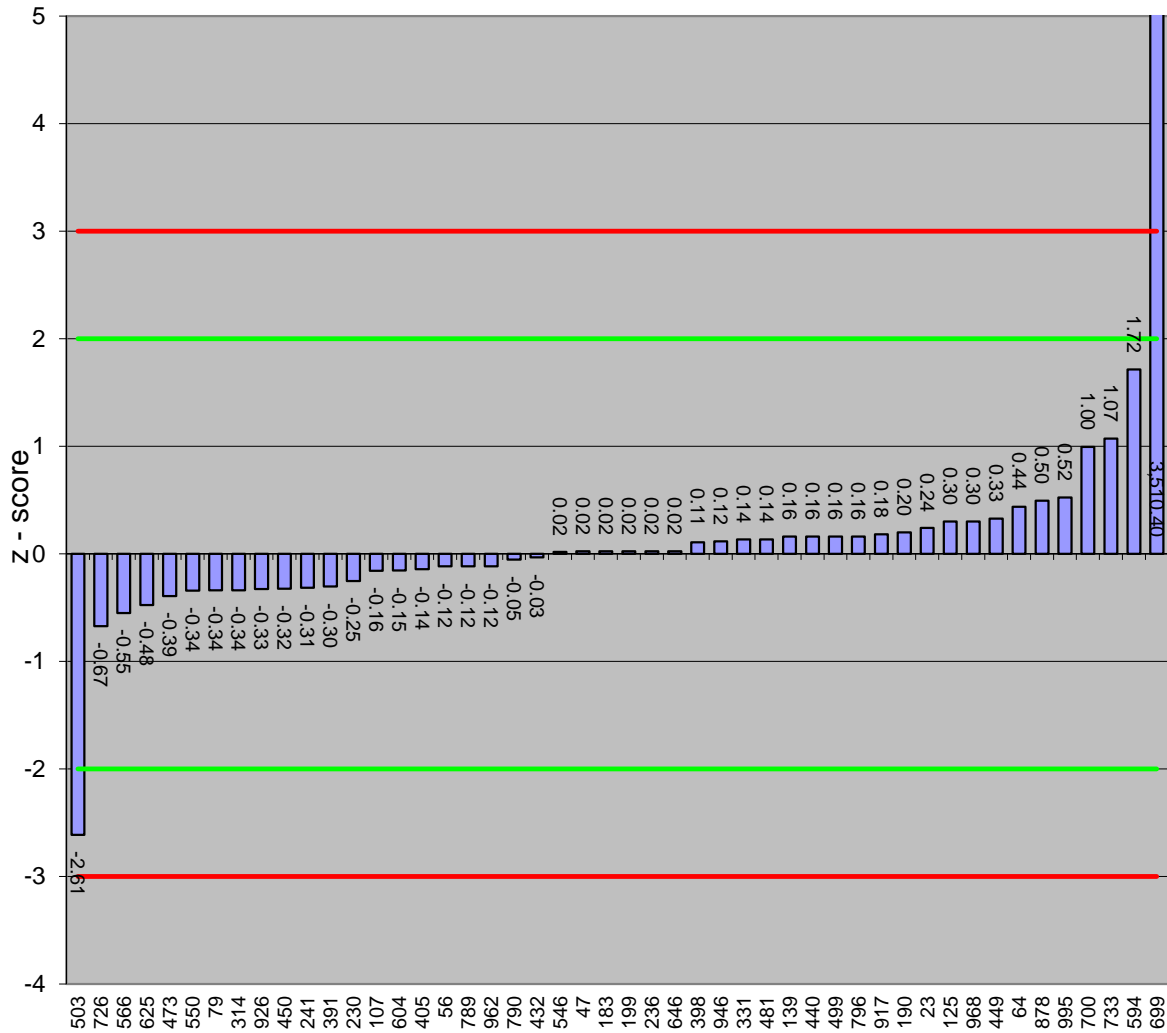


Grafico 19: Pirimetanil - z-score - Graph 19: Pirimetanil - z-score



codice laboratorio - *laboratory code*

█
█ z=- 3
 █ z= - 2
 █ z= 2
 █ z= 3

Tabella 29: risultati Procloraz (in mg/kg) - Table 18 results Procloraz (in mg/kg)

codice laboratorio - <i>laboratory code</i>	Procloraz
23	0.084
47	0.083
56	0.07
64	0.095
79	0.077
107	0.073
125	0.080
139	0.081
140	
183	0.0735
190	0.081
199	0.095
230	0.084
236	ND
241	0.0742
314	0.08
331	0.081
363	ND
371	0.072
391	0.075
398	ND
405	0.0770
432	0.075
440	0.078
449	0.071
450	0.073
473	0.081
481	0.075
499	0.08
503	ND
546	0.087
550	0.075
566	0.081
569	0.0582
594	0.06
604	0.081
625	0.058
646	0.057
699	ND
700	0.082
726	0.08
733	0.089
789	0.079
790	0.079
796	0.075
878	0.085
891	ND
917	0.077
926	0.073
946	0.101
962	ND
968	0.082
995	0.08

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 20: Procloraz - Graph 20: Procloraz

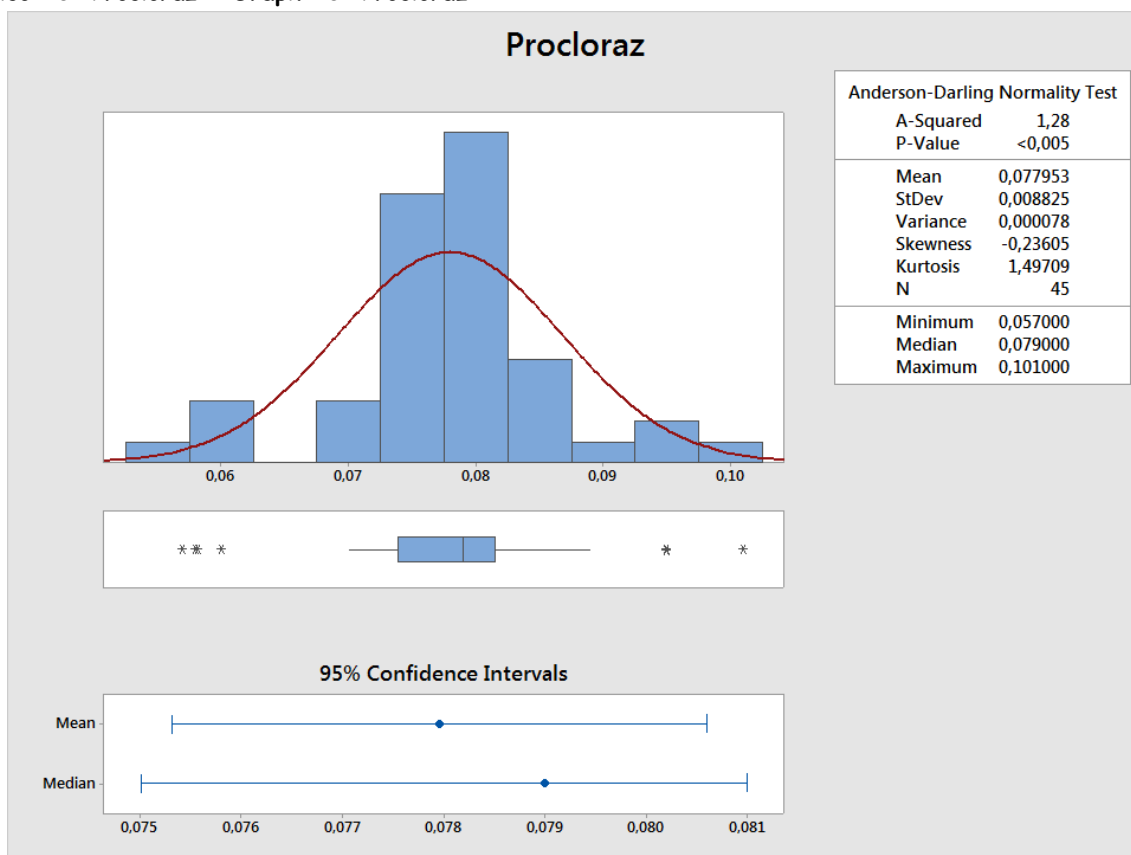


Grafico 21: Box plot Procloraz - Graph 21: Box plot Procloraz

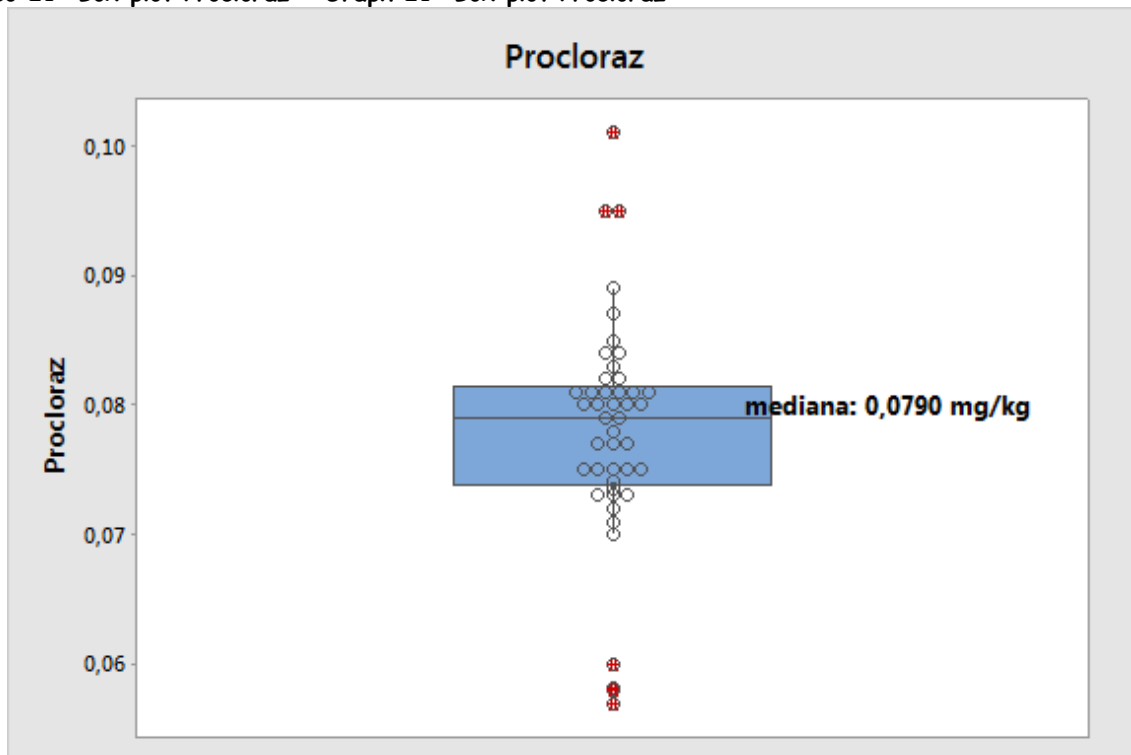
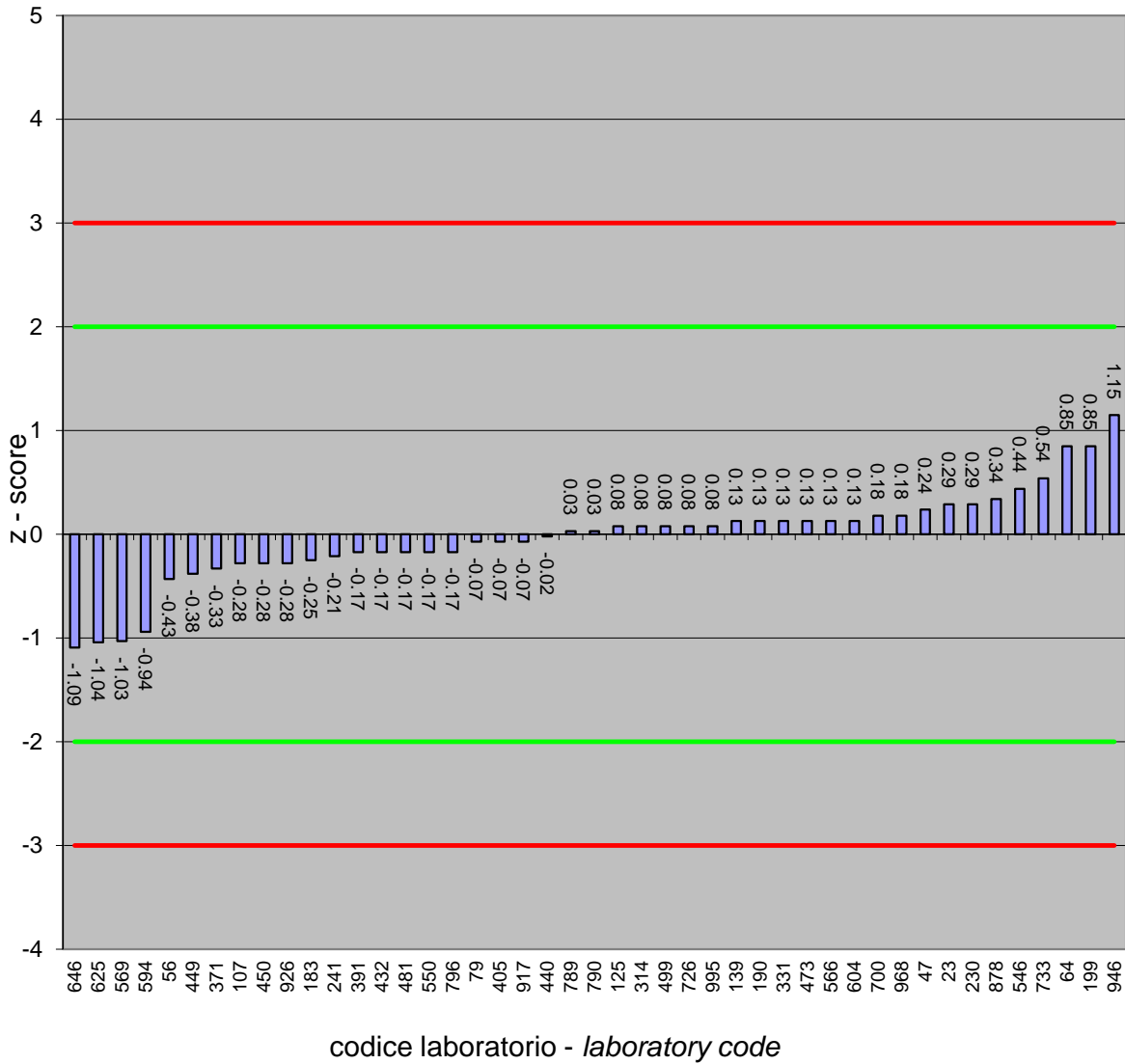


Grafico 22: Procloraz -z-score - Graph 22: Procloraz -z-score



█
█ z= -3
 █ z= -2
 █ z= 2
 █ z= 3

Tabella 30: risultati Tiabendazolo (in mg/kg) - Table 19 results Tiabendazolo (in mg/kg)

codice laboratorio - <i>laboratory code</i>	Tiabendazolo
23	0.099
47	0.09
56	0.1
64	0.1
79	0.09
107	0.082
125	0.100
139	0.10
140	
183	0.0943
190	0.103
199	0.105
230	0.095
236	ND
241	0.0929
314	0.09
331	ND
363	ND
371	0.086
391	0.082
398	0.102
405	0.0910
432	0.09
440	0.105
449	0.088
450	0.089
473	0.091
481	0.109
499	0.1
503	0.04
546	0.084
550	0.093
566	0.093
569	0.0623
594	0.063
604	0.085
625	0.07
646	ND
699	80.32
700	0.099
726	0.074
733	0.093
789	0.092
790	0.103
796	0.091
878	0.1
891	0.0744
917	0.095
926	0.079
946	0.102
962	0.077
968	0.105
995	0.102

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 23: Tiabendazolo - Graph 23: Tiabendazolo

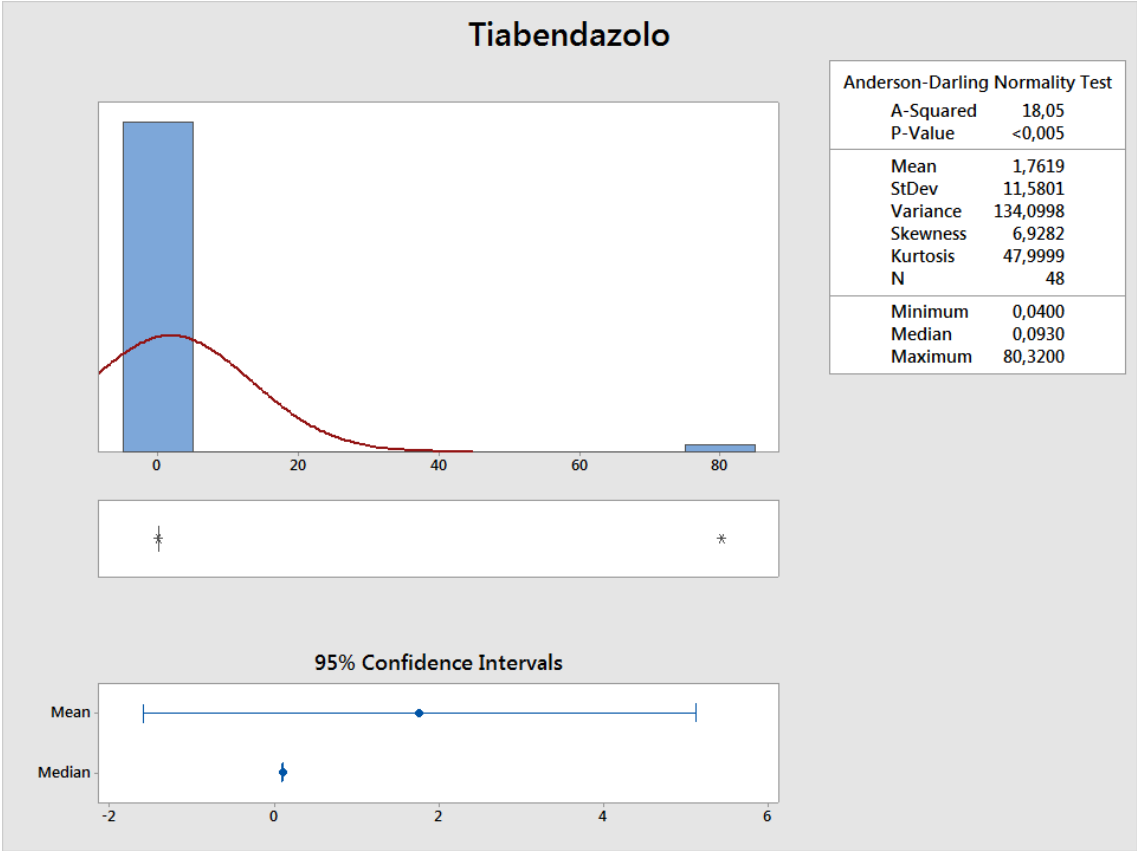


Grafico 24: Box plot Tiabendazolo - Graph 24: Box plot Tiabendazolo

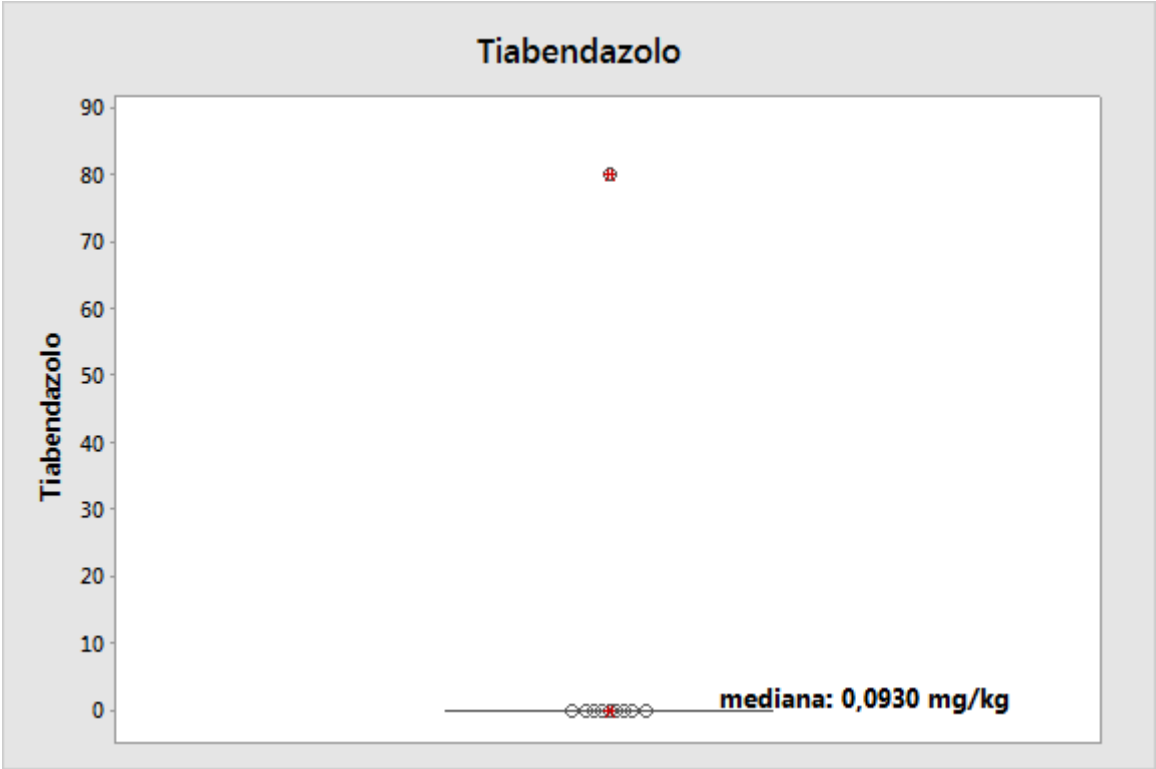


Grafico 25: Tiabendazolo -z-score - Graph 25: Tiabendazolo -z-score



codice laboratorio - laboratory code

■ z=-3 ■ z=-2 ■ z=2 ■ z=3

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

Di seguito sono riportate: Tabella 20: rappresentazione risultati attraverso z-score, consente una valutazione per sostanza attiva, Tabella 21: riassunto giudizi, consente una valutazione complessiva sull'intero test, Tabella 22: AZ² tiene in considerazione il numero dei parametri riscontrati nel test e delle sostanze attive non addizionate.

Tabella 31: rappresentazione risultati attraverso z-score

Sostanze attive	Tot	Soddisfacente		Discutibile		Non Soddisfacente	
	s.a.	z ≤ 2		2 < z ≤ 3		z > 3	
	analizzati	n°	%	n°	%	n°	%
Benzovindiflupir	32	30	94	0	0	2	6
Clorantranilprolo	47	44	94	1	2	2	4
Flonicamid	46	45	98	0	0	1	2
Isopirazam	41	39	95	2	5	0	0
Pirimetanil	48	46	96	1	2	1	2
Procloraz	45	45	100	0	0	0	0
Tiabendazolo	48	46	96	1	2	1	2

Tabella 32: riassunto giudizi

<i>Riassunto dei giudizi</i>	<i>AZ²</i>	
	n° lab	% lab
Soddisfacente	47	92.2
Discutibile	0	0.0
Non soddisfacente	4	7.8
<i>Totale laboratori</i>	51	100.0

From the frequency analysis of the results for each active substance, it is assumed that the distributions are unimodal.

Below are reported the following tables: Table 20: representation of results through z-score, allows an evaluation by active substance, Table 21: summary of opinions, allows an overall evaluation of the entire test, Table 22: AZ2 takes into consideration the number of parameters found in the tests and active substances not added.

Table 33: representation of results through z-score

Active substances	Tot s.a. analyzed	Satisfactory		Questionable		unsatisfactory	
		$ z \leq 2$ n°	%	$2 < z \leq 3$ n°	%	$ z > 3$ n°	%
Benzovindiflupir	32	30	94	0	0	2	6
Clorantraniliprololo	47	44	94	1	2	2	4
Flonicamid	46	45	98	0	0	1	2
Isopirazam	41	39	95	2	5	0	0
Pirimetanil	48	46	96	1	2	1	2
Procloraz	45	45	100	0	0	0	0
Tiabendazolo	48	46	96	1	2	1	2

Table 34: summary of opinions

<i>Summary of opinions</i>	<i>AZ²</i>	
	n° lab	% lab
Satisfactory	47	92.2
Questionable	0	0.0
Unsatisfactory	4	7.8
<i>Total laboratories</i>	51	100.0

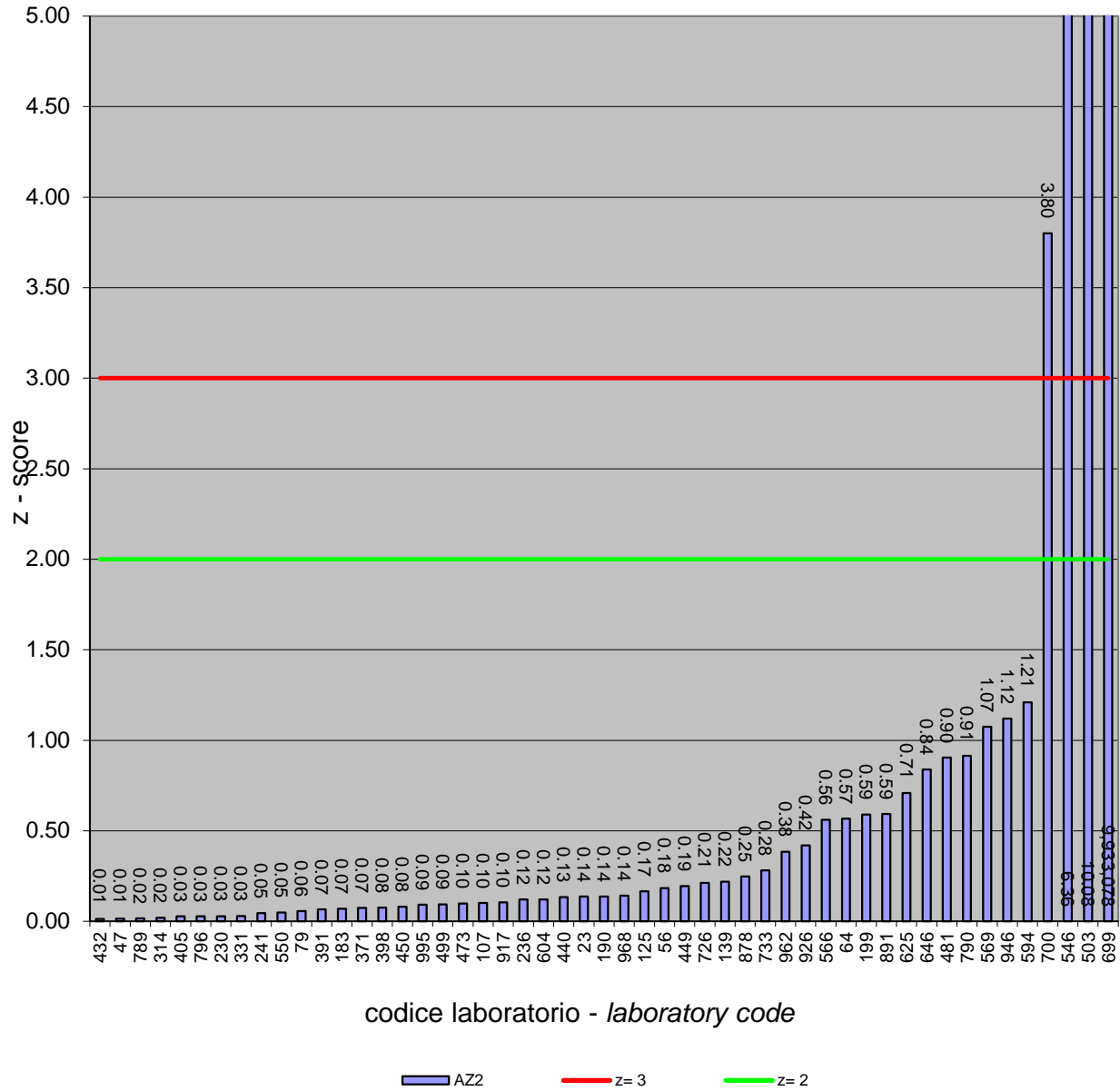
Tabella 35: z - score e AZ²

Lab	m	Benzovindiflupir	Clorrantraniliprololo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo	AZ ²	Valutazione rispetto AZ ²
23	7	0.50	0.37	0.48	0.33	0.24	0.29	0.30	0.14	Soddisf
47	5		0.05	-0.08		0.02	0.24	-0.09	0.01	Soddisf
56	6		-0.38	-0.80	0.01	-0.12	-0.43	0.34	0.18	Soddisf
64	7	-1.46	0.49	0.64	0.41	0.44	0.85	0.34	0.57	Soddisf
79	7	0.33	-0.09	-0.24	-0.31	-0.34	-0.07	-0.09	0.06	Soddisf
107	7	-0.13	-0.15	-0.48	-0.38	-0.16	-0.28	-0.44	0.10	Soddisf
125	7	0.57	0.63	0.40	0.25	0.30	0.08	0.34	0.17	Soddisf
139	7	-0.03	0.49	1.04	-0.23	0.16	0.13	0.34	0.22	Soddisf
140	0									
183	7	0.37	0.40	0.09	-0.34	0.02	-0.25	0.10	0.07	Soddisf
190	7	0.35	0.40	0.48	0.41	0.20	0.13	0.47	0.14	Soddisf
199	7	-1.19	0.83	0.24	0.97	0.02	0.85	0.56	0.59	Soddisf
230	7	0.17	0.05	-0.08	0.01	-0.25	0.29	0.13	0.03	Soddisf
236	4		-0.27	-0.32	-0.55	0.02			0.12	Soddisf
241	7	-0.25	-0.32	0.08	0.10	-0.31	-0.21	0.04	0.05	Soddisf
314	7	0.05	-0.09	0.00	0.01	-0.34	0.08	-0.09	0.02	Soddisf
331	4		0.24		0.17	0.14	0.13		0.03	Soddisf
363	0									
371	4		-0.12	-0.32			-0.33	-0.27	0.07	Soddisf
391	6		-0.04	0.16	-0.23	-0.30	-0.17	-0.44	0.07	Soddisf
398	4		0.28	0.16		0.11		0.43	0.08	Soddisf
405	6		0.07	0.16	0.33	-0.14	-0.07	-0.05	0.03	Soddisf
432	3					-0.03	-0.17	-0.09	0.01	Soddisf
440	7	0.55	0.44	0.32	0.01	0.16	-0.02	0.56	0.13	Soddisf
449	7	0.88	-0.47	-0.16	-0.23	0.33	-0.38	-0.18	0.19	Soddisf
450	7	-0.46	0.30	-0.08	-0.23	-0.32	-0.28	-0.14	0.08	Soddisf
473	7	-0.23	-0.67	-0.08	0.09	-0.39	0.13	-0.05	0.10	Soddisf
481	6		2.12	0.56	0.17	0.14	-0.17	0.74	0.90	Soddisf
499	7	-0.63	0.34	0.00	0.01	0.16	0.08	0.34	0.09	Soddisf
503	4		-1.83	5.00		-2.61		-2.27	10.08	Non Soddisf
546	7	0.62	5.00	-0.24	0.33	0.02	0.44	-0.35	6.36	Non Soddisf
550	7	0.32	-0.20	-0.24	0.01	-0.34	-0.17	0.04	0.05	Soddisf
566	7	-1.81	-0.14	0.08	0.57	-0.55	0.13	0.04	0.56	Soddisf
569	4			-0.97	-0.78		-1.03	-1.30	1.07	Soddisf
594	5			-0.56	-0.55	1.72	-0.94	-1.27	1.21	Soddisf
604	7	0.32	0.18	0.72	-0.23	-0.15	0.13	-0.31	0.12	Soddisf
625	5		-0.82	-0.80		-0.48	-1.04	-0.96	0.71	Soddisf
646	4		-0.96		-1.11	0.02	-1.09		0.84	Soddisf
699	4	5.00	3904.10			3510.40		3488.17	9933078	Non Soddisf
700	7	5.00	-0.36	-0.24	-0.55	1.00	0.18	0.30	3.80	Non Soddisf
726	7	-0.19	-0.53	0.00	-0.31	-0.67	0.08	-0.79	0.21	Soddisf
733	7	-0.19	-0.07	-0.56	0.41	1.07	0.54	0.04	0.28	Soddisf
789	6		-0.24	0.00	0.17	-0.12	0.03	0.00	0.02	Soddisf
790	7	-0.49	-0.33	0.64	2.33	-0.05	0.03	0.47	0.91	Soddisf
796	7	-0.03	-0.09	-0.16	-0.31	0.16	-0.17	-0.05	0.03	Soddisf
878	5		0.77	0.40		0.50	0.34	0.34	0.25	Soddisf
891	1							-0.77	0.59	Soddisf
917	7	0.45	-0.22	-0.08	0.65	0.18	-0.07	0.13	0.10	Soddisf
926	7	-0.41	-0.15	-0.64	-1.35	-0.33	-0.28	-0.57	0.42	Soddisf
946	7	-0.09	0.28	0.16	2.49	0.12	1.15	0.43	1.12	Soddisf
962	4		-0.41	-0.96		-0.12		-0.66	0.38	Soddisf
968	7	-0.07	0.27	0.64	0.25	0.30	0.18	0.56	0.14	Soddisf
995	7	0.12	0.09	0.00	-0.39	0.52	0.08	0.43	0.09	Soddisf

Table 36: z - score e AZ²

Lab	m	Benzovindiflupir	Clorantraniliprololo	Fonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo	AZ ²	Evaluation compared to AZ ²
23	7	0.50	0.37	0.48	0.33	0.24	0.29	0.30	0.14	Satisfactory
47	5		0.05	-0.08		0.02	0.24	-0.09	0.01	Satisfactory
56	6		-0.38	-0.80	0.01	-0.12	-0.43	0.34	0.18	Satisfactory
64	7	-1.46	0.49	0.64	0.41	0.44	0.85	0.34	0.57	Satisfactory
79	7	0.33	-0.09	-0.24	-0.31	-0.34	-0.07	-0.09	0.06	Satisfactory
107	7	-0.13	-0.15	-0.48	-0.38	-0.16	-0.28	-0.44	0.10	Satisfactory
125	7	0.57	0.63	0.40	0.25	0.30	0.08	0.34	0.17	Satisfactory
139	7	-0.03	0.49	1.04	-0.23	0.16	0.13	0.34	0.22	Satisfactory
140	0									
183	7	0.37	0.40	0.09	-0.34	0.02	-0.25	0.10	0.07	Satisfactory
190	7	0.35	0.40	0.48	0.41	0.20	0.13	0.47	0.14	Satisfactory
199	7	-1.19	0.83	0.24	0.97	0.02	0.85	0.56	0.59	Satisfactory
230	7	0.17	0.05	-0.08	0.01	-0.25	0.29	0.13	0.03	Satisfactory
236	4		-0.27	-0.32	-0.55	0.02			0.12	Satisfactory
241	7	-0.25	-0.32	0.08	0.10	-0.31	-0.21	0.04	0.05	Satisfactory
314	7	0.05	-0.09	0.00	0.01	-0.34	0.08	-0.09	0.02	Satisfactory
331	4		0.24		0.17	0.14	0.13		0.03	Satisfactory
363	0									
371	4		-0.12	-0.32			-0.33	-0.27	0.07	Satisfactory
391	6		-0.04	0.16	-0.23	-0.30	-0.17	-0.44	0.07	Satisfactory
398	4		0.28	0.16		0.11		0.43	0.08	Satisfactory
405	6		0.07	0.16	0.33	-0.14	-0.07	-0.05	0.03	Satisfactory
432	3					-0.03	-0.17	-0.09	0.01	Satisfactory
440	7	0.55	0.44	0.32	0.01	0.16	-0.02	0.56	0.13	Satisfactory
449	7	0.88	-0.47	-0.16	-0.23	0.33	-0.38	-0.18	0.19	Satisfactory
450	7	-0.46	0.30	-0.08	-0.23	-0.32	-0.28	-0.14	0.08	Satisfactory
473	7	-0.23	-0.67	-0.08	0.09	-0.39	0.13	-0.05	0.10	Satisfactory
481	6		2.12	0.56	0.17	0.14	-0.17	0.74	0.90	Satisfactory
499	7	-0.63	0.34	0.00	0.01	0.16	0.08	0.34	0.09	Satisfactory
503	4		-1.83	5.00		-2.61		-2.27	10.08	Unsatisfactory
546	7	0.62	5.00	-0.24	0.33	0.02	0.44	-0.35	6.36	Unsatisfactory
550	7	0.32	-0.20	-0.24	0.01	-0.34	-0.17	0.04	0.05	Satisfactory
566	7	-1.81	-0.14	0.08	0.57	-0.55	0.13	0.04	0.56	Satisfactory
569	4			-0.97	-0.78		-1.03	-1.30	1.07	Satisfactory
594	5			-0.56	-0.55	1.72	-0.94	-1.27	1.21	Satisfactory
604	7	0.32	0.18	0.72	-0.23	-0.15	0.13	-0.31	0.12	Satisfactory
625	5		-0.82	-0.80		-0.48	-1.04	-0.96	0.71	Satisfactory
646	4		-0.96		-1.11	0.02	-1.09		0.84	Satisfactory
699	4	5.00	3904.10			3510.40		3488.17	9933078	Unsatisfactory
700	7	5.00	-0.36	-0.24	-0.55	1.00	0.18	0.30	3.80	Unsatisfactory
726	7	-0.19	-0.53	0.00	-0.31	-0.67	0.08	-0.79	0.21	Satisfactory
733	7	-0.19	-0.07	-0.56	0.41	1.07	0.54	0.04	0.28	Satisfactory
789	6		-0.24	0.00	0.17	-0.12	0.03	0.00	0.02	Satisfactory
790	7	-0.49	-0.33	0.64	2.33	-0.05	0.03	0.47	0.91	Satisfactory
796	7	-0.03	-0.09	-0.16	-0.31	0.16	-0.17	-0.05	0.03	Satisfactory
878	5		0.77	0.40		0.50	0.34	0.34	0.25	Satisfactory
891	1							-0.77	0.59	Satisfactory
917	7	0.45	-0.22	-0.08	0.65	0.18	-0.07	0.13	0.10	Satisfactory
926	7	-0.41	-0.15	-0.64	-1.35	-0.33	-0.28	-0.57	0.42	Satisfactory
946	7	-0.09	0.28	0.16	2.49	0.12	1.15	0.43	1.12	Satisfactory
962	4		-0.41	-0.96		-0.12		-0.66	0.38	Satisfactory
968	7	-0.07	0.27	0.64	0.25	0.30	0.18	0.56	0.14	Satisfactory
995	7	0.12	0.09	0.00	-0.39	0.52	0.08	0.43	0.09	Satisfactory

Grafico 26: AZ² - Graph 26: AZ²



16. Errori Quali-Quantitativi

Nella seguente tabella i laboratori che hanno effettuato errori del tipo falsi positivi.

Codice laboratorio	Sostanza attiva	concentrazione	LOQ dichiarato
546	Ciantranilipolo	0.290 mg/kg	0.01 mg/kg

17. Confronto con altri test

La matrice "Succo di Limoni" non è stata impiegata in test precedenti.

Si riscontrano sostanze attive uguali a quelle impiegate nella terza sessione del 2023 nei seguenti test:

Tabella 37: confronto parametri comuni

Codice Test	Matrice	Parametri						
1998-2TF	pomodoro					Pirimetanil		
2000-1TF	pomodoro					Pirimetanil		
2000-2TF	fragola							Tiabendazolo
2005-2S05	fragola					Pirimetanil		
3S13	pesche		Clorantranilipolo					
1S14	cocomeri			Flonicamid			Procloraz	
2S14	kiwi							Tiabendazolo
1S17	mele		Clorantranilipolo			Pirimetanil		
3S17	cocomeri							Tiabendazolo
2S20	kiwi						Procloraz	
3S23	Succo di Limoni	Benzovindiflupir	Clorantranilipolo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo

16. Quali-Quantitative Errors

The following table shows the laboratory that made errors such as false positives

Laboratory code	Active substance	concentration	LOQ declared
546	Ciantranilipolo	0.290 mg/kg	0.01 mg/kg

17. Comparison with other tests

The “Lemon Juice” matrix has not been used in previous tests.

Active substances identical to those used in the third session of 2023 were found in the following tests:

Table 38: comparison of common parameters

Test Code	Matrix	Parameters						
1998-2TF	tomato					Pirimetanil		
2000-1TF	tomato					Pirimetanil		
2000-2TF	strawberry							Tiabendazolo
2005-2S05	strawberry					Pirimetanil		
3S13	peaches		Clorantranilipolo					
1S14	watermelon			Flonicamid			Procloraz	
2S14	kiwi							Tiabendazolo
1S17	apples		Clorantranilipolo			Pirimetanil		
3S17	watermelos							Tiabendazolo
2S20	kiwi						Procloraz	
3S23	lemon juice	Benzovindiflupir	Clorantranilipolo	Flonicamid	Isopirazam	Pirimetanil	Procloraz	Tiabendazolo

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 39: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati

Codice Test	Parametri						
	<i>Benzovindiflupir</i>	<i>Clorantraniliprolo</i>	<i>Fonicamid</i>	<i>Isopirazam</i>	<i>Pirimetanil</i>	<i>Procloraz</i>	<i>Tiabendazolo</i>
1998-2TF					86		
2000-1TF					94		
2000-2TF							78
2005-2S05					79		
3S13		100					
1S14			95			98	
2S14							91
1S17		95			98		
3S17							96
2S20						98	
3S23	94	94	98	95	96	100	96

Below are the comparisons between results achieved in the past, relating to the parameters being tested and already used in the same matrix or in different matrices:

Table 40: summary of percentages of satisfactory results achieved in the various tests examined

Test Code	Parameters						
	<i>Benzovindiflupir</i>	<i>Clorantraniliprolo</i>	<i>Flonicamid</i>	<i>Isopirazam</i>	<i>Pirimetanil</i>	<i>Procloraz</i>	<i>Tiabendazolo</i>
1998-2TF					86		
2000-1TF					94		
2000-2TF							78
2005-2S05					79		
3S13		100					
1S14			95			98	
2S14							91
1S17		95			98		
3S17							96
2S20						98	
3S23	94	94	98	95	96	100	96

Tabella 41: dettaglio risultati SSZ e AZ²

Codice Test	Matrice	Lab Partecipanti	Lab con SSZ o AZ ² soddisfacente	
		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
3S20	Vino	50	45	90
1S21	Spinaci	45	44	98
2S21	kiwi	52	46	88
3S21	Vino	43	38	88
1S22	patate	46	38	83
2S22	kiwi	49	42	86
3S22	vino	41	37	90
1S23	vino	43	37	86
2S23	zucche	50	47	94
3S23	Succo di limoni	51	47	92

Table 42: detailed results SSZ and AZ²

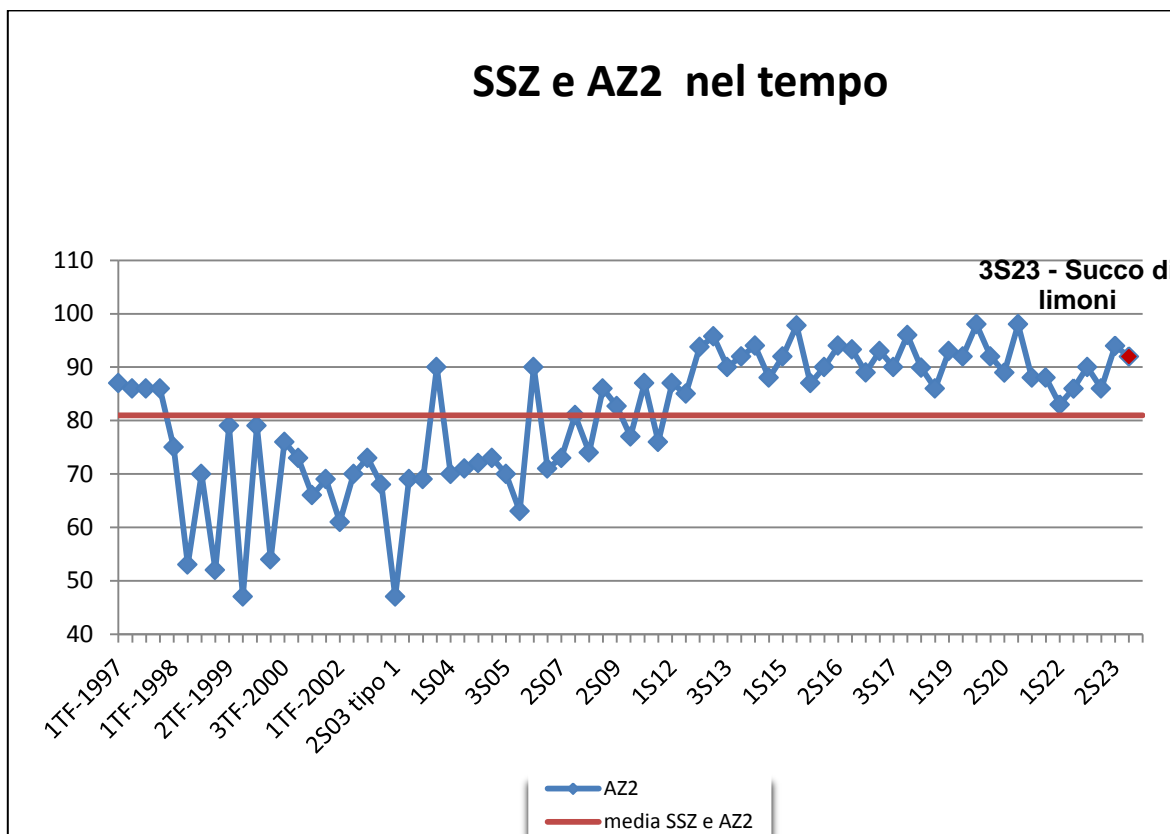
Test code	matrix	Pertecipants Lab.		Lab with SSZ or AZ ² satisfied.	
		n°		n°	%
1TF-1997	apple	15		13	87
2TF-1997	strawberry	21		18	86
3TF-1997	fishing	21		18	86
4TF-1997	orange	22		19	86
1TF-1998	actinidia	28		21	75
2TF-1998	tomato	32		17	53
3TF-1998	pears	30		21	70
1TF-1999	actinidia	31		16	52
2TF-1999	zucchini	28		22	79
3TF-1999	pears	36		17	47
1TF-2000	tomato	42		33	79
2TF-2000	strawberry	41		22	54
3TF-2000	apple	41		31	76
1TF-2001	actinidia	48		35	73
2TF-2001	strawberry	47		31	66
3TF-2001	grape	51		35	69
1TF-2002	apple	59		36	61
2TF-2002	strawberry	56		39	70
3TF-2002	apricot (*)	56		41	73
1S03	actinidia	57		39	68
2S03 tipo 1	tomato (**)	19		7	47
2S03 tipo 2	tomato	21		11	69
2S03 tipo 3	tomato	19		11	69
3S03	pears	45		36	90
1S04	apple (***)	53		37	70
2S04	pears(s)	51		34	71
1S05	actinidia	49		33	72
2S05	strawberry(ii)	56		40	73
3S05	apricot(iii)	57		39	70
1S06	pears (iv)	52		33	63
2S06	peach (v)	54		44	90
1S07	actinidia (vi)	54		37	71
2S07	fishing(vii)	59		41	73
1S08	pears	53		43	81
2S08	tomato (viii)	55		39	74
1S09	actinidia	53		44	86
2S09	plums (ix)	53		43	83
1S10	actinidia (x)	53		36	77
2S10	peaches	53		45	87
1S11	pears	51		37	76
2S11	peaches	51		37	76
1S12	actinidia	52		45	87
2S12	peaches	54		45	85
1S13	actinidia	48		45	94
2S13	apples	50		45	96
3S13	peaches (xi)	49		43	90
1S14	watermelons	48		43	92
2S14	actinidia	48		45	94
3S14	plums	50		44	88
1S15	actinidia (xii)	51		46	92
2S15	actinidia	47		44	98
3S15	tomato	53		46	87
1S16	courgette (xiii)	49		37	90
2S16	carrots(xiv)	49		46	94
3S16	pears(xv)	47		42	93
1S17	apples	46		41	89
2S17	apples	41		38	93
3S17	watermelons	50		45	90
1S18	spinach	45		42	96
2S18	pumpkins	46		40	90
3S18	podless peas	49		42	86
1S19	pumpkins	46		42	95
2S19	zuchinis	48		43	92
3S19	tomatoes(xvi)	49		48	98
1S20	spinach	47		43	92
2S20	kiwi(xvii)	45		40	89
3S20	Wine	50		45	90
1S21	Spinach	45		44	98
2S21	Kiwi	52		46	88
3S21	Wine	43		38	88
1S22	potatoes	46		38	83
2S22	Kiwi	49		42	86
3S22	wine	41		37	90
1S23	wine	43		37	86
2S23	pumpkins	50		47	94
3S23	lemon juice	51		47	92

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. fenitrotrion
- (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 27: risultati nel tempo SSZ e AZ²



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

$$SSZ = \sum z^2$$

dove:

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

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

Note:

(*) : with the exclusion of the parameters deltamethrin and dimethomorph

(**) : with the exclusion of the indoxacarb parameter

(***) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. fluazinam

(i) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for s.a. propargite and fenpropidin

(ii) : with the exclusion of z-scores above 2 for s.a. bromopropylate and fenazaquin

(iii) : with the exclusion of the folpet parameter and laboratories with a z-score greater than 2 for s.a. tefluthrin and hexiazox

(iv) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for s.a. azoxistrobin and famoxadone

(v) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for s.a. chlorthalones, fenazaquin, pirifenox, triadimenol, triflumuron

(vi) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for s..a.tolyflfluamide

(vii) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. buprofezin

(viii) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. etofenprox

(ix) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. diazinon

(x) : with the exclusion of the cypermethrin parameter

(xi) : with the exclusion of the clofentezine parameter

(xii) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. fenitrothion

(xiii) : with the exclusion of the fenamiphos and tolyflfluamide parameters

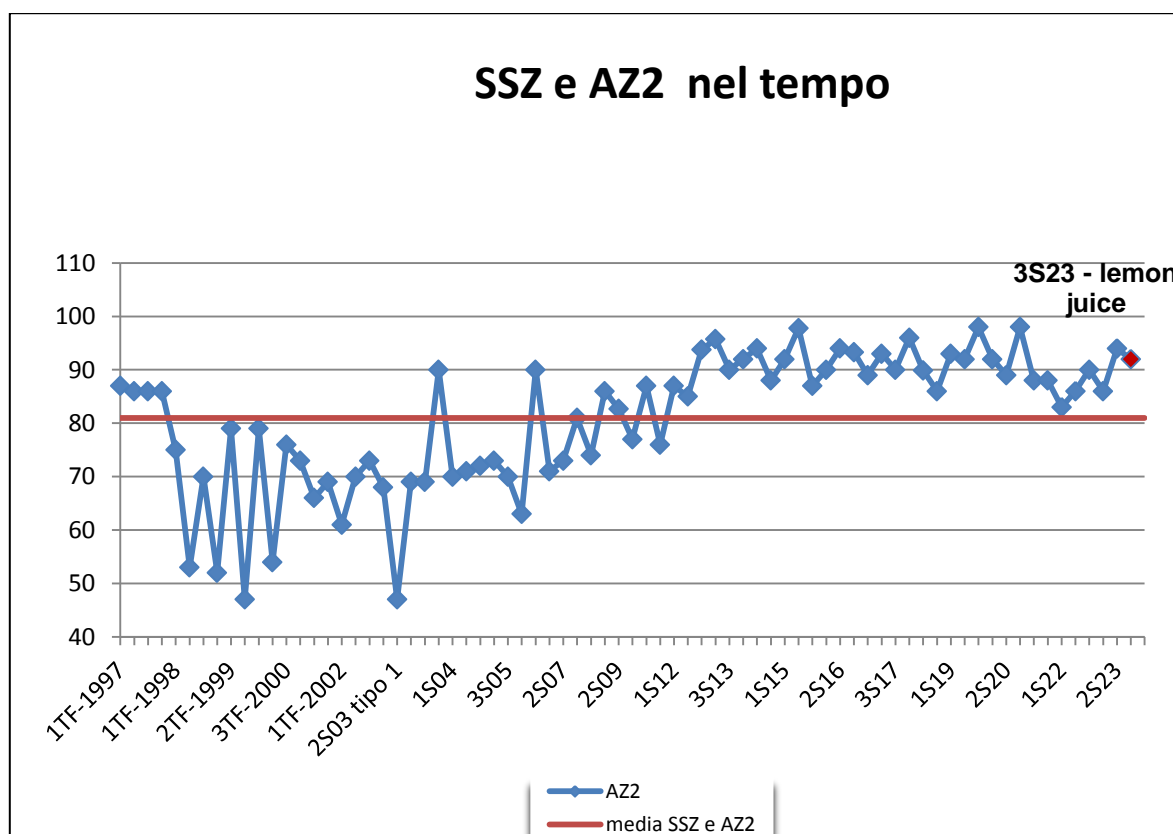
(xiv) : with the exclusion of the pymetrozine parameter

(xv) : with the exclusion of laboratories with z-score greater than 2 for the s.a. carbaryl

(xvi) : with the exclusion of the dimethomorph parameter

(xvii) with the exclusion of the chlorpyrifos methyl parameter

Graph 28: results over time SSZ and AZ²



The graph shows the trend over time of overall satisfactory results per session. Until 2016 this trend is summarized in terms of SSZ:

$$SSZ = \sum z^2$$

Where:

$\sum z^2$ = is the sum of the squares of the z-scores

Since 2017 the trend has been reported in terms of AZ².

18. Statistica

- **Errori qualitativi - falsi negativi - falsi positivi**

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

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

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

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

- **Verifica omogeneità e stabilità**

Il controllo dell'omogeneità e della stabilità dei campioni viene attuato in accordo alle indicazioni della norma ISO 13528:2022: *"Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons"*.

- **Omogeneità:**

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

Per cui:

$$S_s \leq 0.3\sigma_{om} \quad (1)$$

con:

- S_s = scarto tipo fra i campioni, calcolato come descritto al p.to B.3 della Norma ISO 13528:2022
- σ_{om} = dove FFP-RSD = 0,15 x valore medio dell'omogeneità di ogni sostanza attiva presente nel PT
- Valore di controllo: 0,3 x σ_{om}
- 0.3 = vedi Nota 1 paragrafo B.2.2 della Norma ISO 13528:2022

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.

18. Statistics

- **Qualitative errors - false negatives - false positives**

An active substance present in the test, analyzed and not detected, which corresponds to a participant's Limit of Quantification (LOQ) lower than the assigned value, is considered NR (Not Detected) and corresponds to a z-score of 5.

An active substance present in the test, analyzed and not detected, which corresponds to a LOQ greater than the assigned value is considered ND (Not Determined) and does not correspond to any z-score.

An active substance present in the test and not analyzed is considered ND and does not correspond to any z-score.

An active substance not present in the test, but detected, leads to an error for which the laboratory will be given a z-score of 5.

- **Check homogeneity and stability**

The control of the homogeneity and stability of the samples is implemented in accordance with the indications of the ISO 13528:2022 standard: "*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*".

- **Homogeneity:**

The acceptability criterion for the PT samples to be sufficiently homogeneous is that the variance between the samples is not greater than the variance within the single sample.

Therefore:

$$S_s \leq 0.3\sigma_{om} \quad (1)$$

with:

- S_s = standard deviation between samples, calculated as described in point B.3 of the ISO 13528:2022 Standard
- σ_{om} = where $FFP-RSD = 0.15 \times$ average value of the homogeneity of each active substance present in the PT
- Control value: $0.3 \times \sigma_{om}$
- 0.3 = see Note 1 paragraph B.2.2 of ISO 13528:2022

The verification of relation (1) certifies that the variance between all the rates of the objects (test samples) is not higher than the variance within the individual rates of the same. In this case the population, made up of all the objects, is sufficiently homogeneous.

- **Stabilità:**

La valutazione statistica è condotta in accordo al documento ISO 13528:2022, Annex B.

Si definiscono come:

- Giorno 1 = momento della spedizione degli oggetti (campioni).
- Giorno 2 = 24 ore dopo il giorno 1, aliquota conservata a temperatura refrigerata $3^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.
- Giorno 3 = dead line: ultimo giorno utile per la consegna dei risultati da parte dei partecipanti; aliquota mantenuta a temperatura di congelamento $-15^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Una sostanza attiva può essere considerata adeguatamente stabile se:

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

dove:

- x_i = valore medio dei campioni al Giorno 1.
- y_i = valore medio dei campioni al Giorno 2 o valore medio dei campioni al Giorno 3.
- $\sigma_{(PT)}$ = deviazione standard usata nella valutazione del PT d'interesse
- 0,3: valore ricavato dall'Annex E.2 della ISO 13528:2022.

- **Valore assegnato**

Come stabilito al punto D.1.3.1 dell'Annex D della ISO 13528:2022, 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 13528:2022

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 ISO13528:2022, 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.

- **Stability:**

The statistical evaluation is conducted in accordance with document ISO 13528:2022, Annex B.

They are defined as:

- Day 1 = when items (samples) are shipped.
- Day 2 = 24 hours after day 1, portion stored at refrigerated temperature $3^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.
- Day 3 = dead line: last day for participants to submit their results; portion kept at freezing temperature $-15^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

An active substance can be considered adequately stable if:

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

Where:

- x_i = average value of the samples on Day 1.
- y_i = mean value of samples on Day 2 or mean value of samples on Day 3.
- $\sigma_{(PT)}$ = standard deviation used in evaluating the PT of interest
- 0.3: value obtained from Annex E.2 of ISO 13528:2022.

- **Assigned value**

As established in point D.1.3.1 of Annex D of ISO 13528:2022, to proceed with the statistical evaluation a number of measurements of no less than 12 is required ($n > 12$). If a sufficient number of data is not available, the statistical evaluation will be performed, specifying in the final report that these parameters will not be subject to performance evaluation.

Given the type of objects to be evaluated, the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022 is considered adequate

The following rules apply to the participant data population obtained for each active substance present in the PT:

- elimination of obvious gross outliers, such as: incorrect units of measurement or incorrect use of decimals;
- evaluation of the symmetric distribution with MINITAB 17;
- calculation of the assigned value using robust statistics, as described in Annex C of ISO13528:2022, through algorithm A, corresponding to the robust mean;
- calculation of the "fit for purpose" standard deviation corresponding to 25% of the robust mean, as reported in the article in the "Journal of Agricultural and FoodChemistry", 2011, 59(14), 7609-7619.

- **Valutazione delle performances**

A corredo del valore assegnato viene calcolata l'incertezza associata utilizzando la formula riportata al punto 7.7.7 della ISO 13528:2022.

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

dove:

- $u_{(X_{PT})}$: incertezza associata al valore assegnato per ogni analita
- S^* : deviazione standard robusta, calcolata secondo quanto riportato nell'Annex C della norma ISO 13528:2022.
- n : 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.

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:

- $X_{(i)}$: valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva
- $X_{(pt)}$: valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT
- $\sigma_{(pt)}$: deviazione standard FFP del PT d'interesse

Qualora si riscontrasse che:

$$u_{(X_{PT})} < 0.3\sigma_{PT}$$

dove:

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

viene calcolato il parametro z' score come descritto al punto 9.5.1 della norma ISO 13528:2022 inserendo al denominatore il contributo dell'incertezza $u_{(xpt)}$:

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

dove:

- $X_{(i)}$: valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva
- $X_{(pt)}$: valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT
- $\sigma_{(pt)}$: la deviazione standard FFP del PT d'interesse
- $u_{(xpt)}$: 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$	Non soddisfacente

- **Performance evaluation**

In addition to the assigned value, the associated uncertainty is calculated using the formula reported in point 7.7.7 of ISO 13528:2022.

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

Where:

- $u_{(X_{PT})}$: uncertainty associated with the value assigned for each analyte
- S^* : robust standard deviation, calculated according to what is reported in Annex C of the ISO 13528:2022 standard.
- n : number of measures.

The calculation of the "fit for purpose" standard deviation corresponds to 25% of the robust average for PT Pesticides, as reported in the article of the "Journal of Agricultural and Food Chemistry", 2011, 59 (14), 7609-7619.

To evaluate the participants' performance, the z-score parameter is calculated through the mathematical relationship:

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

Where:

- $x_{(i)}$: value found by the laboratory for an active substance
- $x_{(pt)}$: value found by robust statistical processing for the PT
- $\sigma_{(pt)}$: FFP standard deviation of the PT of interest

If it is found that:

$$u_{(X_{PT})} < 0.3\sigma_{PT}$$

Where:

- $\sigma_{(pt)}$: FFP standard deviation of the PT of interest

the z' score parameter is calculated as described in point 9.5.1 of the ISO 13528:2022 standard by inserting the contribution of the uncertainty $u_{(x_{pt})}$ in the denominator:

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

Where:

- $x_{(i)}$: value found by the laboratory for an active substance
- $x_{(pt)}$: value found by robust statistical processing for the PT
- $\sigma_{(pt)}$: the FFP standard deviation of the PT of interest
- $u_{(x_{pt})}$: uncertainty associated with the value assigned for each analyte

z-score and z'-score are interpreted as follows:

$ z \leq 2$	satisfactory
$2 < z < 3$	questionable
$ z \geq 3$	unsatisfactory

- **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$	Non soddisfacente

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_{arvae} , m_{Lab}): 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 $\frac{n+1}{2}$ della serie se n è dispari, $\frac{n}{2}$ ed $\frac{n}{2} + 1$ se n è pari.

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

Valore Massimo (VM_{ARPAE} , VM_{Lab}): numero più grande ottenuto da PTP 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.

$M_{robusta}$: Media robusta, calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell'"Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2022

$ds_{robusta}$: Deviazione standard robusta, calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell'"Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2022

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

Varianza (V): quadrato della deviazione standard.

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

- **Combination z-score**

It happens with AZ^2

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

AZ^2 is interpreted as follows:

$ z \leq 2$	satisfactory
$2 < z < 3$	questionable
$ z \geq 3$	unsatisfactory

Definitions

Mean (M_{ARPAE}): arithmetic mean of a series of n values (x_i) and is calculated by adding all the data obtained and dividing by the number (n) of the same.

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

Median (m_{arpae} , m_{Lab}): Median of the data obtained by the provider or participants, for each active substance. Series of n ordered data x_1, x_2, \dots, x_n , the central value, that is the value that occupies the place $\frac{n+1}{2}$ of the series if n is odd, $\frac{n}{2}$ and $\frac{n}{2} + 1$ if n is even.

Minimum value (vm_{ARPAE} , vm_{Lab}): smallest number obtained by PTP during the homogeneity assessment, or from participant data.

Maximum Value (VM_{ARPAE} , VM_{Lab}): largest number obtained by PTP during the homogeneity evaluation, or from participant data.

gdl: degrees of freedom

Deviation: difference between each laboratory result and the true value assigned.

Standard deviation (ds_{ARPAE} , ds_{Lab}): standard deviation of the provider's homogeneity data, or of the participants' data, a measure of the dispersion of a series of observations. It is calculated from the following relationship:

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

Mean standard deviation (S.m.): standard deviation divided by the square root of the n measurements.

$M_{robusta}$: Robust average, calculated from the participant data population, following the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022

$ds_{robusta}$: Robust standard deviation, calculated from the participant data population, following the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022

σ : calculated standard deviation equal to 25% of the robust mean.

Variance (V): square of the standard deviation.

Trueness (Giu): degree of agreement between the average value and the theoretical increase ($M_{robusta}$ -it).

Anderson Darling A^2 : Il test di Anderson-Darling può essere applicato a qualsiasi distribuzione. Di seguito sono riportate tabelle utili alla valutazione della distribuzione normale.

Tabella A: 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 lognormali, la statistica di prova A^2 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

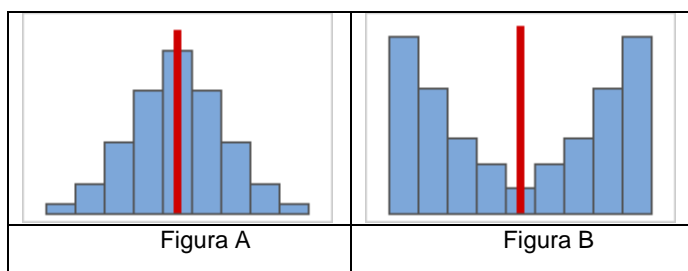
dove:

- 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: 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.

Anderson Darling A²: The Anderson-Darling test can be applied to any distribution. Below are tables useful for evaluating the normal distribution.

Table A: Anderson Darling reference values

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

For normal and logonormal distributions, the test statistic A² is calculated by

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

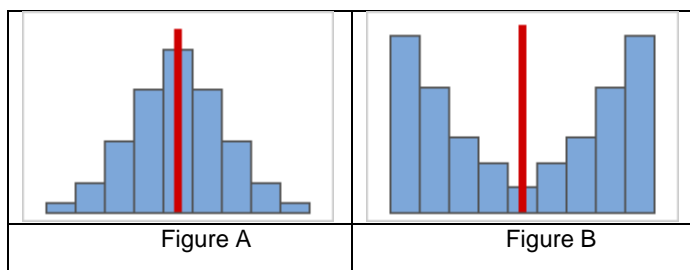
Where:

- n: represents the sample size;
- F(x): represents a distribution function that returns the cumulative probability associated with the function.
- i: represents the ith sample

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

P-Value: parameter capable of discriminating between the hypothesis of normal distribution and the hypothesis of non-normal distribution. If the p-value is >0.05, the hypothesis of normal distribution is accepted. If the p-value is <0.05, the hypothesis of normal distribution is rejected, i.e. the distribution is non-normal.

Skewness: Skewness is the extent to which the data is not symmetrical. Whether the skewness value is 0, positive or negative reveals information about the shape of the data.



Source: MINITAB17 (06/FE)

Symmetrical distributions

As data become more symmetric, their skewness value approaches zero. Figure A shows normally distributed data, which by definition has relatively little skewness. By drawing a line down the center of this histogram of normal data it is easy to see that the two sides mirror each other. But lack of asymmetry alone does not imply normality. Figure B shows a distribution in which the two sides still mirror each other, although the data is far from normally distributed.

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.

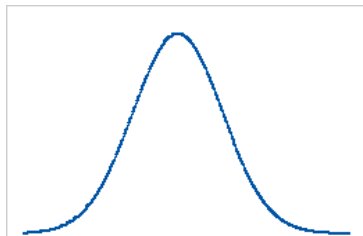


figura A

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.

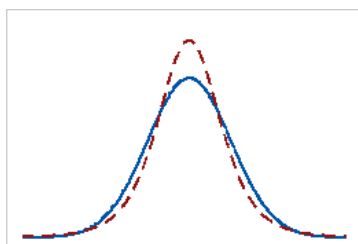


figura B

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.

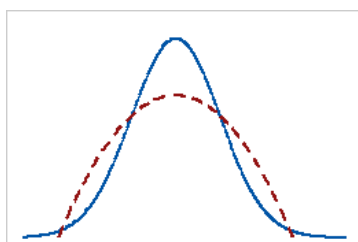


figura C

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.

Kurtosis: is a measure of the departure from distributional normality, compared to which a greater flattening, platykurtic distribution, or greater elongation, leptokurtic distribution, can occur.

The value of the index that corresponds to the Gaussian distribution is "0": a value less than 0 indicates platykurtic distribution, while a value greater than 0 indicates leptokurtic distribution.

Kurtosis indicates how the peak and tails of a distribution differ from the normal distribution.

Kurtosis can help to initially understand general characteristics about data distribution.

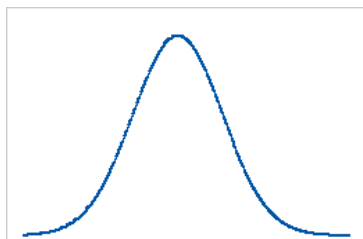


figure A

Baseline: Kurtosis value of 0 (figure A)

Data that follows a normal distribution perfectly has a Kurtosis value of 0. Normally distributed data establishes the baseline for Kurtosis. Sample Kurtosis deviating significantly from 0 may indicate that the data is not normally distributed.

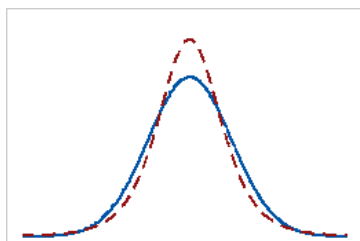


figure B

Positive Kurtosis (figure B)

A distribution with a positive Kurtosis value indicates that the distribution has heavier tails and a sharper peak than the normal distribution. For example, the data following the distribution has a positive Kurtosis value. The solid line shows the normal distribution and the dotted line shows a distribution with a positive Kurtosis value.

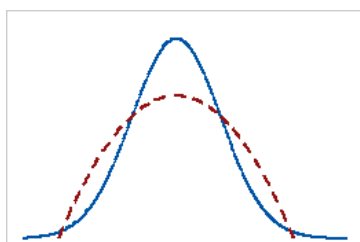


figure C

Negative Kurtosis (figure C)

A distribution with a negative Kurtosis value indicates that the distribution has lighter tails and a flatter peak than the normal distribution. The solid line shows the normal distribution and the dotted line shows a distribution with a negative Kurtosis value.

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 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.

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 proficiency testing
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528:2022 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

19. Appeals or Complaints

In accordance with the Arpae QMS, participants in the PTs have the possibility to submit appeals or complaints to the provider by filling out the form at the address:

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

The nature of the complaint depends on how the service was provided: delays in the scheduled times, thawed or damaged samples.

The appeal can be submitted after the final report is issued. The participant can contest the evaluation of their performance by presenting objective documentation of their motivations.

Once an appeal or complaint has been received, Arpae communicates receipt to the participant and has 30 calendar days to respond via email and possibly amend the final report.

20. Residual objects

At the conclusion of each PT scheme, the excess objects are stored at a controlled freezing temperature as reported in the Arpae QMS, for a period of 30 calendar days from the date of issue of revision 0 of the final report. The objects remain available to the participants who have the right to request an additional amount if they wish to use the material for their own purposes.

It is specified that the stability of the material is guaranteed until the deadline for transmitting the results communicated in the email that is sent upon delivery of the samples. The participants are responsible for the logistics and cost of objects shipping.

21. References

- UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 general requirements for proficiency testing
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528:2022 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- I71101/FE Guideline for the use of the MINITAB 17 program for processing foreseen in the validation of test procedures or methods
- Journal of Agricultural and Food Chemistry", 2011, 59(14), 7609-7619.
- MINITAB17

Allegato 4–I40901/PT rev 5

sostanza attiva
2-Fenilfenolo
Acefate
Acetamiprid
Acrinatrina
Alaclor
Aldicarb
Ametocradin
Azinfos metile
Azoxistrobin
Benalaxil (somma di isomeri)
Benfluralin
Benzovindiflupyr
Bifenazate
Bifenile
Bifentrin
Bitertanolo
Boscalid
Bromopropilato
Bromuconazolo
Bupirimate
Buprofezin
Cadusafos
Carbaril
Carbendazim e benomil (somma di benomil e carbendazim espressa in carbendazim)
Ciantraniliprolo
Ciazofamid
Ciflufenamide
Ciflumetofen
Ciflutrin (somma degli isomeri)
Cimoxanil
Cipermetrina (somma degli isomeri)
Ciproconazolo
Ciprodinil
Clofentezine
Clomazone
Clorantraniliprolo
Clorfenapir
Clorfenvinfos
Clorfluazuron
Cloridazon
Clorpirifos E

Clorpirifos M
Clorprofam
Clortalonil
Clotianidin
Deltametrina
Demeton-S-metilsulfone
Diazinone
Dicloran
Diclorvos
Dicofol
Dicrotofos
Dietofencarb
Difenilammina
Difenoconazolo
Diflubenzuron
Dimetoato
Dimetomorf
Diniconazolo
Disulfoton
Diuron
DMST
Endosulfan alfa
Endosulfan beta
Endosulfan solfato
EPN
Epossiconazolo
Esaconazolo
Esaflumuron
Etion
Etirimol
Etopenprox
Etoprofos
Etossazolo
Exitiazox
Famoxadone
Fenamidone
Fenarimol
Fenazaquin
Fenbuconazolo
Fenexamide
Fenitrothion
Fenoxicarb
Fenpicoxamide
Fenpirazamina
Fenpirossimato
Fenpropatrin
Fenpropidin

Fenpropimorf
Fention
Fentoato
Fenvalerate e esfenvalerate (somma degli isomeri RS, SR, RR e SS)
Fipronil
Flonicamide
Florpirauxyfen-benzile
Fluazifop-P
Fluazinam
Fludioxonil
Flufenoxuron
Fluopicolide
Fluopiram
Fluquinconazolo
Flusilazolo
Flutolanil
Flutriafol
Fluvalinate
Fluxapiroxad
Formetanato
Formotion
Fosalone
Fosmet
Fostiazato
Foxim
Imazalil
Imidacloprid
Indoxacarb
Iprodione
Iprovalicarb
Isocarbofos
Isofenfos metile
Isofetamid
Isoprocarb
Isoprotiolano
Isopyrazam
Isoxaflutole
Kresoxim metile
Lambdacialotrina
Lufenuron
Malaoxon
Malation
Mandipropamide
Mepanipirim
Metaflumizone (somma degli isomeri E e Z)
Metalaxyl e metalaxyl-M
Metamidofos

Metconazolo
Metidation
Metiocarb
Metobromuron
Metolachlor e metolachlor-S
Metomil
Metossicloro
Metossifenoziide
Metrafenone
Metribuzin
Miclobutanil
Molinate
Monocrotofos
Nitenpiram
Ometoato
Ossidemeton-metile
Oxadixil
Oxamil
Oxathiapiprolin
Paclobutrazolo
Paraoxon metile
Paration etile
Paration metile
Pencicuron
Penconazolo
Pendimetalin
Penflufen
Penthiopirad
Permetrina
Pimetrozine
Piraclostrobin
Piridaben
Piridalil
Pirimetanil
Pirimicarb
Pirimifos etile
Pirimifos metile
Piriproxifen
Procimidone
Procloraz (solo Procloraz tal quale)
Profenofos
Promecarb
Propamocarb
Propargite
Propiconazolo
Propoxur
Proquinazid

Prosulfocarb
Protioconazolo (Protioconazolo destio(somma di isomeri))
Protiofos
Pyriofenone
Quinalfos
Quinoxifen
Rotenone
Spinetoram
Spinosad (somma di spinosyn A e spinosyn D, espressa in spinosad)
Spirodiclofen
Spiromesifen
Spiroxamina
Sulfoxaflor
Taufluvalinate
Tebuconazolo
Tebufenozide
Tebufenpirad
Teflubenzuron
Teflutrin
Terbutilazina
Tetraconazolo
Tetradifon
Tetrametrina
Tiabendazolo
Tiacloprid
Tiametoxam
Tiodicarb
Tolclofos M
Tolfenpirad
Tolilfluanide
Triazofos
Triciclazolo
Trifloxistrobin
Triflumizolo
Triflumuron
Trifluralin
Triticonazolo
Vinclozolin
Zoxamide
Nitrati (NO ₃)

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

Hanno partecipato 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*).

The following participated in the implementation of the test:

- ✓ for the preparatory part: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).
- ✓ for the analytical part: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).
- ✓ for the organizational part, statistical processing and drafting: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).

fine rapporto - end relationship
