

PT Fitofarmaci: I sessione test prodotti fitosanitari anno 2024

| | | |
|---|--|---|
| Natura della modifica: Prima emissione | | |
| Redazione | Alessandro Tieghi Diego Tamoni Erika Roncarati | atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it eroncarati@arpae.it |
| Approvazione del report finale | Michele De Gioia | mdegioia@arpae.it |
| Coordinatore | Alessandro Tieghi | atieghi@arpae.it |
| Organizzatore e autorizzatore all'emissione del report finale | Stefano Forti | sforti@arpae.it |

Documento firmato digitalmente secondo la normativa vigente

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

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

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

Indice

| | |
|--|----|
| Premessa | 5 |
| 1. Riservatezza | 7 |
| 2. Matrice | 7 |
| 3. Verifica dell'eventuale presenza di residui di prodotti fitosanitari | 7 |
| 4. Preparazione della matrice | 7 |
| 5. Preparazione del bianco e relativo codice | 8 |
| 6. Preparazione degli standards | 8 |
| 7. Preparazione delle soluzioni per incrementare l'omogenato..... | 8 |
| 8. Preparazione dei campioni incrementati e relativo codice | 8 |
| 9. Conservazione dei bianchi e dei campioni incrementati | 8 |
| 10. Consegna dei test al corriere | 8 |
| 11. Ricevimento dei risultati | 8 |
| 12. Verifica dell'omogeneità e della stabilità | 14 |
| 13. Elenco delle sostanze attive, valore assegnato della concentrazione e deviazione standard..... | 16 |
| 14. Valutazione adeguatezza del metodo..... | 17 |
| 15. Errori grossolani ovvi | 19 |
| 16. Errori Quali-Quantitativi..... | 48 |
| 17. Confronto con altri test..... | 48 |
| 18. Statistica | 52 |
| 19. Appelli o Reclami | 57 |
| 20. Oggetti residui..... | 57 |
| 21. Riferimenti..... | 57 |

Tabelle

| | |
|---|----|
| Tabella 1: aspetti generali | 6 |
| Tabella 2: elenco dei laboratori | 7 |
| Tabella 3: riassunto informazioni dai laboratori | 9 |
| Tabella 4: dati omogeneità | 14 |
| Tabella 5: verifica omogeneità | 15 |
| Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità | 15 |
| Tabella 7: verifica stabilità A..... | 15 |
| Tabella 8: verifica stabilità B..... | 16 |
| Tabella 9: valore assegnato della concentrazione, std dev = 25% e metodo di valutazione | 17 |
| Tabella 10: metodo di valutazione..... | 17 |
| Tabella 11: valutazione adeguatezza del metodo | 17 |
| Tabella 12: risultati dai laboratori in mg/kg..... | 18 |
| Tabella 13: statistica risultati ricevuti dai laboratori | 19 |
| Tabella 14: risultati Acetamidrid (in mg/kg) – z-score..... | 20 |
| Tabella 15: risultati Carbendazim (in mg/kg) – z-score | 23 |
| Tabella 16: risultati EPN (in mg/kg) – z-score | 26 |
| Tabella 17: risultati Fenpropidin (in mg/kg) – z-score..... | 29 |
| Tabella 18: risultati Ometoato (in mg/kg) –z-score..... | 32 |
| Tabella 19: risultati Paclobutrazolo (in mg/kg) – z-score..... | 35 |
| Tabella 20: risultati Teflubenzuron (in mg/kg) – z-score..... | 38 |
| Tabella 21: risultati Zoxamide (in mg/kg) – z-score..... | 41 |
| Tabella 22: rappresentazione risultati attraverso z-score..... | 44 |
| Tabella 23: riassunto giudizi..... | 44 |
| Tabella 24: AZ ² | 45 |
| Tabella 25: confronto parametri comuni | 48 |
| Tabella 26: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati..... | 49 |
| Tabella 27: dettaglio risultati SSZ e AZ ² | 50 |

Grafici

| | |
|---|----|
| Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore | 10 |
| Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo..... | 11 |
| Grafico 3: Metodi di analisi | 12 |
| Grafico 4: confronto medie e incremento teorico (i.t) | 13 |
| Grafico 5: Acetamidrid..... | 21 |
| Grafico 6: Box plot Acetamidrid..... | 21 |
| Grafico 7: Acetamidrid - z-score | 22 |
| Grafico 8: Carbendazim | 24 |
| Grafico 9: Box plot Carbendazim | 24 |
| Grafico 10: Carbendazim – z-score..... | 25 |
| Grafico 11: EPN | 27 |
| Grafico 12: Box plot EPN | 27 |
| Grafico 13: EPN -z-score | 28 |
| Grafico 14: Fenpropidin..... | 30 |
| Grafico 15: Box plot Fenpropidin..... | 30 |
| Grafico 16: Fenpropidin - z-score..... | 31 |
| Grafico 17: Ometoato..... | 33 |
| Grafico 18: Box plot Ometoato | 33 |
| Grafico 19: Ometoato - z-score | 34 |
| Grafico 20: Paclobutrazolo..... | 36 |
| Grafico 21: Box plot Paclobutrazolo | 36 |
| Grafico 22: Paclobutrazolo –z-score | 37 |
| Grafico 23: Teflubenzuron..... | 39 |
| Grafico 24: Box plot Teflubenzuron..... | 39 |
| Grafico 25: Teflubenzuron –z-score | 40 |
| Grafico 26: Zoxamide..... | 42 |
| Grafico 27: Box plot Zoxamide..... | 42 |
| Grafico 28: Zoxamide –z-score | 43 |
| Grafico 29: AZ ² - Graph 26: AZ ² | 47 |
| Grafico 30: risultati nel tempo SSZ e AZ ² | 51 |

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.

Tabella 1: aspetti generali

| | |
|---|--|
| <i>Data di preparazione del test</i> | 24/01/2024 |
| <i>Data di consegna al corriere per la spedizione ai laboratori</i> | 05/02/2024 |
| <i>Corriere utilizzato</i> | Traser |
| <i>Campioni (incrementati e bianco) conservati con</i> | ghiaccio secco |
| <i>Numero campioni incrementati preparati</i> | 84 |
| <i>Numero campioni bianchi</i> | 84 |
| <i>Numero laboratori cui è stato inviato il test</i> | 42 |
| <i>Numero laboratori che hanno fornito risultati</i> | 42 pari al 100% |
| <i>Matrice utilizzata</i> | Vino |
| <i>Numero di sostanze attive nel test</i> | 8 |
| <i>Descrizione sostanze attive</i> | Acetamiprid, Carbendazim, EPN, Fenpropidin, Ometoato, Paclobutrazolo, Teflubenzuron, Zoxamide. |
| <i>Livello di concentrazione</i> | Tabella 8: valore assegnato della concentrazione |

Nel mese di gennaio 2024 è stato preparato il primo test sui prodotti fitosanitari dell'anno 2024. Il test è stato inviato a 42 laboratori di cui alla Tabella 2: elenco dei laboratori

Tabella 2: elenco dei laboratori

| | |
|-------------------------------------|------------------------------------|
| ADESUD SRL | D'ANIELLO GENNARO & C. SNC |
| AGRI-BIO-ECO LABORATORI RIUNITI SRL | EOS SNC |
| AGRIPARADIGMA TENTAMUS SRL RA | EPTA NORD |
| AGRIPARADIGMA TENTAMUS SRL SR | EUROFINS CHEMICAL CONTROL SRL |
| AGRO.BIOLAB LABORATORY SRL | EUROQUALITY LAB SRL |
| AGROLAB ALIMENTALIA SRL | FRUTTAGEL |
| ALS ITALIA SRL | GE.PRO.TER. |
| ANALISIS SRL | GREIT |
| ARACE LABORATORI SRL | LA LINEA VERDE |
| BIOCHEMIE LAB SRL | LIFEANALYTICS SRL sede Battipaglia |
| BONASSISALAB SPA | LIFEANALYTICS SRL sede Oderzo |
| BUCCIARELLI LABORATORI SRL | LIFEANALYTICS SRL sede Signa |
| CADIR LAB SRL | MARINO SRL |
| CAMPOVERDE SPA AGRICOLA | NEOTRON SPA |
| CENTRO ANALISI CAIM SRL | ORANFRIZER SRL |
| CHELAB PO SRL | pH SRL |
| CHELAB TV SRL | S.A.MER. C.C.I.A.A. - BARI |
| CHEMISERVICE SRL | SECURITY AND QUALITY SAS |
| CHIBILAB SRL | SICURAL SRL CONSORTILE |
| CONSERVE ITALIA | VASSANELLI LAB SRL |
| CONSORZIO GLOBAL QUALITY MOF LAB | WATER & LIFE SRL |

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 è tenuto a darne comunicazione scritta al partecipante.

2. Matrice

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

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

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

4. Preparazione della matrice

Utilizzando il Mod. 1 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:

- 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 VINO, codice 1S24.

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 per 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:

- 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 5: verifica omogeneità”, Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell’omogeneità”, e successivamente suddivisa nei contenitori.

Su ognuno di questi è stata posta un’etichetta riportante la dicitura: PT FITOFARMACI - CAMPIONE INCREMENTATO matrice VINO, codice test 1S24.

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 $-20 \pm 5^{\circ}\text{C}$, 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 05/02/2024.

Ad ogni laboratorio sono stati consegnati un campione bianco ed un campione incrementato.

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

11. Ricevimento dei risultati

In conformità al punto 4.6.1.2 della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010 viene individuata una data univoca per la consegna dei risultati. Per 1S24 Fitofarmaci la data è stata individuata come “dead line” il 01/03/2024.

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 3: 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>%</i> | <i>ore</i> | <i>n°</i> | <i>%</i> |
| campioni inviati | 42 | | | | |
| | | | < 24 | 7 | 16 |
| ottimo | 39 | 93 | 24 | 31 | 74 |
| buono | 2 | 5 | 48 | 4 | 10 |
| scarso | 1 | 2 | 72 | 0 | |
| dato non fornito | 0 | 0 | > 72 | 0 | 0 |
| | | | dato non fornito | 0 | 0 |
| moduli | 42 | 100 | risultati | 42 | 100 |

| METODI DI ANALISI | | |
|-----------------------------------|-----------|----------|
| | <i>n°</i> | <i>%</i> |
| campioni inviati | 42 | |
| | | |
| EN 15662:2018 | 38 | 90 |
| Ripartizione liquido-liquido | 0 | 0 |
| altro | 4 | 10 |
| Nessuno: non partecipo per le S.A | 0 | 0 |
| dato non fornito | 0 | 0 |
| | | |
| moduli | 42 | 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 3: riassunto informazioni dai laboratori" e nel Grafico 3: Metodi di analisi" e nel Grafico 4: confronto medie e incremento teorico (i.t).

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

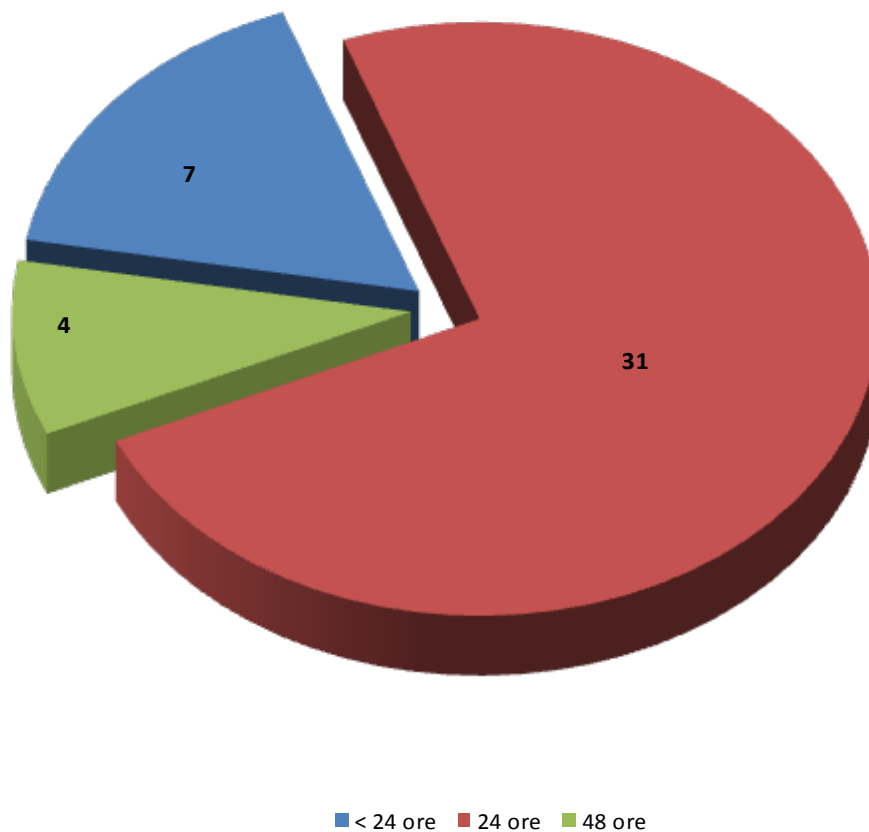


Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo

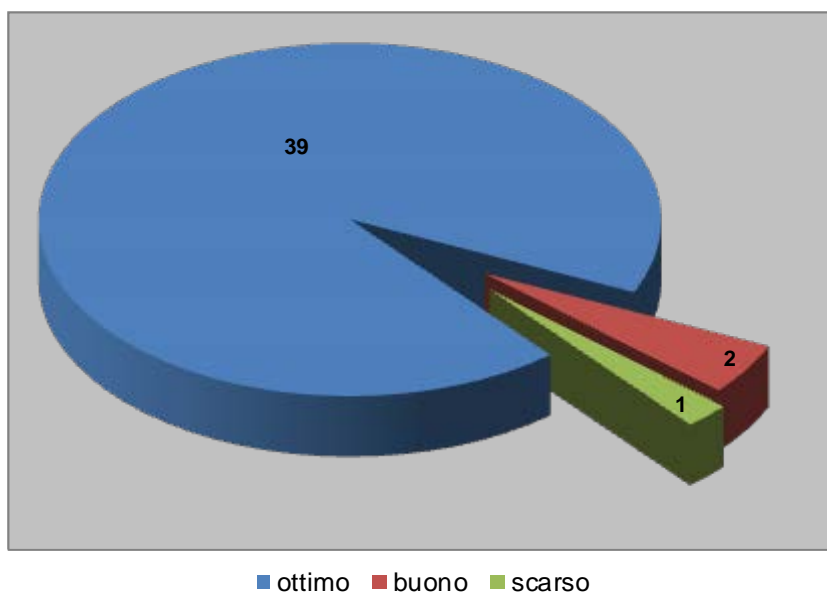
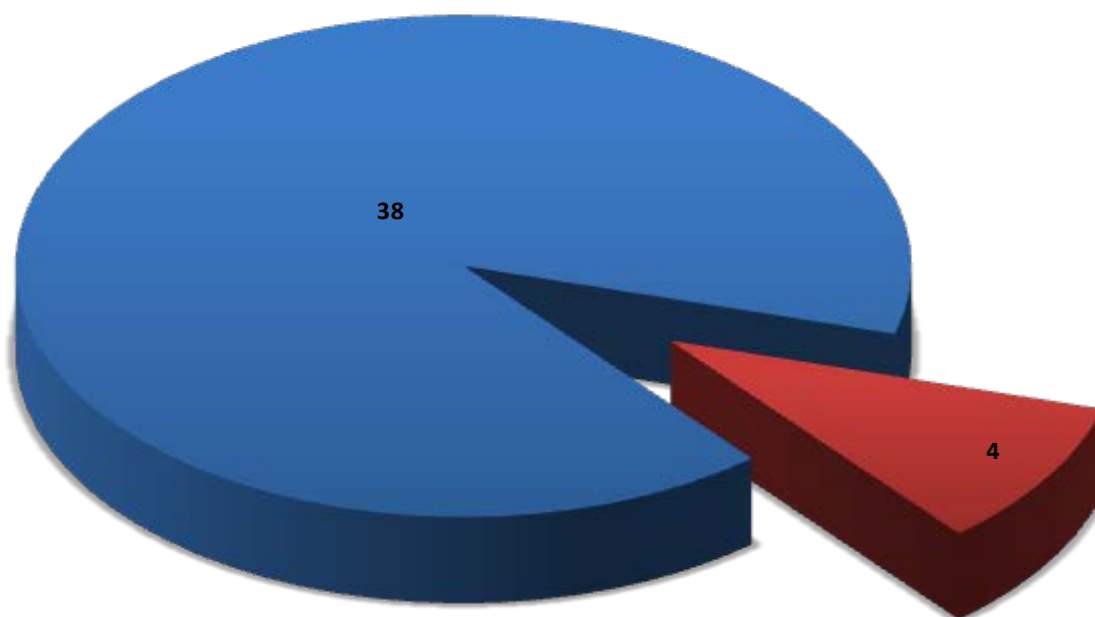
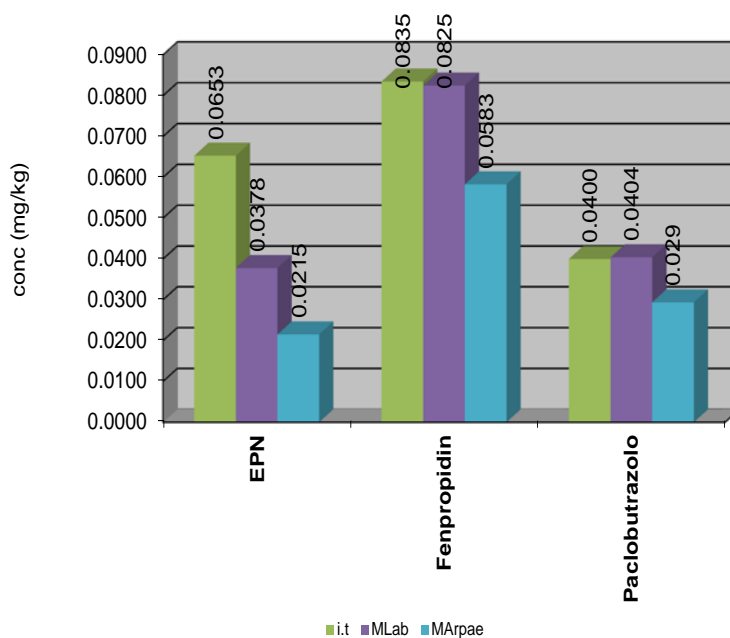
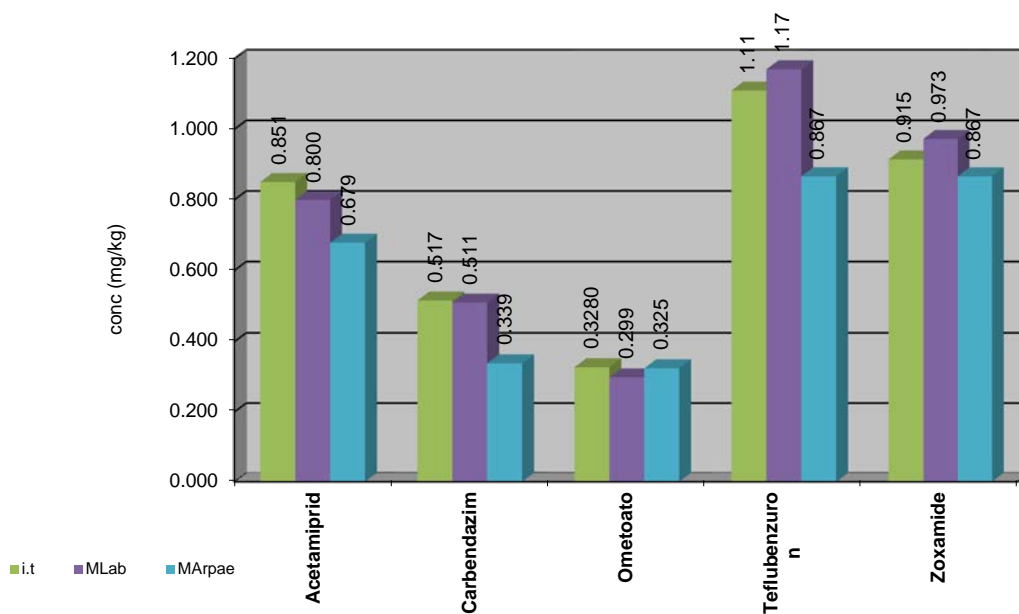


Grafico 3: Metodi di analisi



■ EN 15662:2018 ■ altro

Grafico 4: confronto medie e incremento teorico (i.t)



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 4: dati omogeneità

| Descrizione s.a. | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
|-----------------------------------|-------------|-------------|--------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|
| <i>incremento teorico (mg/kg)</i> | 0.851 | 0.517 | 0.0653 | 0.0835 | 0.328 | 0.0400 | 1.11 | 0.915 |
| ripet. 1.1 | 0.686 | 0.337 | 0.0196 | 0.0624 | 0.326 | 0.0301 | 0.776 | 0.916 |
| ripet. 1.2 | 0.681 | 0.340 | 0.0213 | 0.0587 | 0.324 | 0.0290 | 0.628 | 0.872 |
| ripet. 1.3 | 0.695 | 0.347 | 0.0194 | 0.0612 | 0.331 | 0.0305 | 0.762 | 0.890 |
| ripet. 1.4 | 0.667 | 0.336 | 0.0201 | 0.0569 | 0.322 | 0.0284 | 0.645 | 0.875 |
| ripet. 1.5 | 0.671 | 0.335 | 0.0211 | 0.0552 | 0.317 | 0.0283 | 0.886 | 0.850 |
| ripet. 1.6 | 0.675 | 0.339 | 0.0185 | 0.0572 | 0.328 | 0.0291 | 0.814 | 0.868 |
| ripet. 1.7 | 0.671 | 0.334 | 0.0198 | 0.0561 | 0.326 | 0.0286 | 0.840 | 0.863 |
| ripet. 1.8 | 0.663 | 0.330 | 0.0202 | 0.0564 | 0.319 | 0.0284 | 0.986 | 0.838 |
| ripet. 1.9 | 0.690 | 0.346 | 0.0185 | 0.0583 | 0.337 | 0.0298 | 0.913 | 0.878 |
| ripet. 1.10 | 0.670 | 0.338 | 0.0205 | 0.0589 | 0.319 | 0.0307 | 0.970 | 0.854 |
| ripet. 2.1 | 0.702 | 0.346 | 0.0214 | 0.0610 | 0.331 | 0.0301 | 0.879 | 0.909 |
| ripet. 2.2 | 0.685 | 0.339 | 0.0225 | 0.0597 | 0.327 | 0.0296 | 0.844 | 0.878 |
| ripet. 2.3 | 0.673 | 0.332 | 0.0222 | 0.0577 | 0.326 | 0.0282 | 0.962 | 0.849 |
| ripet. 2.4 | 0.673 | 0.335 | 0.0234 | 0.0562 | 0.314 | 0.0281 | 1.000 | 0.851 |
| ripet. 2.5 | 0.677 | 0.341 | 0.0215 | 0.0583 | 0.326 | 0.0297 | 0.960 | 0.849 |
| ripet. 2.6 | 0.716 | 0.356 | 0.0222 | 0.0604 | 0.336 | 0.0298 | 0.950 | 0.906 |
| ripet. 2.7 | 0.680 | 0.342 | 0.0239 | 0.0574 | 0.331 | 0.0291 | 0.971 | 0.855 |
| ripet. 2.8 | 0.664 | 0.335 | 0.0251 | 0.0568 | 0.316 | 0.0288 | 0.753 | 0.839 |
| ripet. 2.9 | 0.667 | 0.335 | 0.0244 | 0.0581 | 0.315 | 0.0305 | 0.931 | 0.856 |
| ripet. 2.10 | 0.671 | 0.335 | 0.0247 | 0.0588 | 0.329 | 0.0313 | 0.869 | 0.839 |

Tabella 5: verifica omogeneità

| Descrizione s.a. | Acetamidrid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
|----------------------------------|-------------|-------------|----------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|
| Media ARPAE (M_{arpae}) | 0.679 | 0.339 | 0.0215 | 0.0583 | 0.325 | 0.0294 | 0.867 | 0.867 |
| Mediana (m_{arpae}) | 0.674 | 0.337 | 0.0214 | 0.0582 | 0.326 | 0.0294 | 0.882 | 0.859 |
| num. misure (n) | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| gradi di libertà (gdl) | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 |
| valore minimo (vm_{arpae}) | 0.663 | 0.330 | 0.0185 | 0.0552 | 0.314 | 0.0281 | 0.628 | 0.838 |
| valore massimo (VM_{arpae}) | 0.716 | 0.356 | 0.0251 | 0.0624 | 0.337 | 0.0313 | 1.00 | 0.916 |
| ds_{arpae} | 1.35E-02 | 6.12E-03 | 2.01E-03 | 1.90E-03 | 6.71E-03 | 9.48E-04 | 1.09E-01 | 2.38E-02 |
| dev. std. media (Sm_{arpae}) | 3.03E-03 | 1.37E-03 | 4.49E-04 | 4.26E-04 | 1.50E-03 | 2.12E-04 | 2.45E-02 | 5.31E-03 |
| Varianza | 1.83E-04 | 3.75E-05 | 4.04E-06 | 3.63E-06 | 4.50E-05 | 8.98E-07 | 1.20E-02 | 5.64E-04 |
| Giustizia (Giu_{arpae}) | -0.1721 | -0.1782 | -0.0438 | -0.025223 | -0.003 | -0.0106 | -0.2475 | -0.0483 |

Tabella 6: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

| Descrizione s.a. | Acetamidrid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
|----------------------------|-------------|-------------|----------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|
| S_w | 1.25E-02 | 6.53E-03 | 2.55E-03 | 1.37E-03 | 6.66E-03 | 6.87E-04 | 1.28E-01 | 1.51E-02 |
| S_s | 5.44E-03 | 0.00E+00 | 0.00E+00 | 1.36E-03 | 8.27E-04 | 6.60E-04 | 0.00E+00 | 1.87E-02 |
| σ_{omo} | 1.02E-01 | 5.08E-02 | 3.23E-03 | 8.74E-03 | 4.88E-02 | 4.41E-03 | 1.30E-01 | 1.30E-01 |
| Valore di controllo | 3.05E-02 | 1.53E-02 | 9.68E-04 | 2.62E-03 | 1.46E-02 | 1.32E-03 | 3.90E-02 | 3.90E-02 |
| $S_s \leq 0.3\sigma_{omo}$ | VERO | 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 7: 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) |
|----------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|----------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|----------------------|
| Acetamidrid | 0.660 | 0.665 | 0.674 | 0.671 | 0.668 | 0.666 | 0.671 | 0.642 | 0.660 | 0.660 |
| Carbendazim | 0.411 | 0.403 | 0.412 | 0.403 | 0.407 | 0.403 | 0.402 | 0.389 | 0.397 | 0.397 |
| EPN | 0.0214 | 0.0212 | 0.0208 | 0.0205 | 0.0210 | 0.0181 | 0.0188 | 0.0183 | 0.0175 | 0.0182 |
| Fenpropidin | 0.0601 | 0.0603 | 0.0595 | 0.0594 | 0.0598 | 0.0587 | 0.0567 | 0.0579 | 0.0572 | 0.0577 |
| Ometoato | 0.337 | 0.333 | 0.331 | 0.333 | 0.334 | 0.333 | 0.332 | 0.322 | 0.331 | 0.330 |
| Paclobutrazolo | 0.0267 | 0.0266 | 0.0253 | 0.0261 | 0.0262 | 0.0255 | 0.0249 | 0.0252 | 0.0250 | 0.0252 |
| Teflubenzuron | 0.507 | 0.609 | 0.520 | 0.487 | 0.531 | 0.559 | 0.436 | 0.483 | 0.490 | 0.492 |
| Zoxamide | 0.748 | 0.769 | 0.774 | 0.767 | 0.765 | 0.795 | 0.763 | 0.744 | 0.776 | 0.770 |

| s.a. | $ M_1 - M_2 $ | σ_{PT} | giudizio |
|----------------|---------------|---------------|----------|
| Acetamidrid | 7.51E-03 | 0.200 | Pass |
| Carbendazim | 9.75E-03 | 0.128 | Pass |
| EPN | 2.80E-03 | 0.00940 | Pass |
| Fenpropidin | 2.20E-03 | 0.0206 | Pass |
| Ometoato | 4.00E-03 | 0.0748 | Pass |
| Paclobutrazolo | 1.03E-03 | 0.0101 | Pass |
| Teflubenzuron | 3.88E-02 | 0.292 | Pass |
| Zoxamide | 5.00E-03 | 0.243 | Pass |

Note: giorno 1 = giorno della spedizione
giorno 2 = 24 ore dopo il giorno 1, conservato a temperatura refrigerata 5°C ± 3°C
 σ_{PT} = deviazione standard pari al 25% del valore assegnato

Tabella 8: 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) |
|----------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------|
| Acetamidrid | 0.660 | 0.665 | 0.674 | 0.671 | 0.668 | 0.65 | 0.659 | 0.662 | 0.656 | 0.658 |
| Carbendazim | 0.411 | 0.403 | 0.412 | 0.403 | 0.407 | 0.400 | 0.407 | 0.396 | 0.407 | 0.403 |
| EPN | 0.0214 | 0.0212 | 0.0208 | 0.0205 | 0.0210 | 0.0223 | 0.0213 | 0.0243 | 0.0227 | 0.0227 |
| Fenpropidin | 0.0601 | 0.0603 | 0.0595 | 0.0594 | 0.0598 | 0.0613 | 0.0613 | 0.0589 | 0.0594 | 0.0602 |
| Ometoato | 0.337 | 0.333 | 0.331 | 0.333 | 0.334 | 0.318 | 0.316 | 0.307 | 0.309 | 0.313 |
| Paclobutrazolo | 0.0267 | 0.0266 | 0.0253 | 0.0261 | 0.0262 | 0.0268 | 0.0267 | 0.0262 | 0.0254 | 0.0263 |
| Teflubenzuron | 0.507 | 0.609 | 0.520 | 0.487 | 0.531 | 0.53 | 0.517 | 0.69 | 0.58 | 0.58 |
| Zoxamide | 0.748 | 0.769 | 0.774 | 0.767 | 0.765 | 0.774 | 0.789 | 0.793 | 0.781 | 0.784 |

| s.a. | $ M_1 - M_3 $ | σ_{PT} | giudizio |
|----------------|---------------|---------------|----------|
| Acetamidrid | 9.35E-03 | 0.200 | Pass |
| Carbendazim | 4.75E-03 | 0.128 | Pass |
| EPN | 1.68E-03 | 0.00940 | Pass |
| Fenpropidin | 4.00E-04 | 0.0206 | Pass |
| Ometoato | 2.10E-02 | 0.0748 | Pass |
| Paclobutrazolo | 1.00E-04 | 0.0101 | Pass |
| Teflubenzuron | 4.72E-02 | 0.292 | Pass |
| Zoxamide | 1.98E-02 | 0.243 | 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 -20°C ± 5°C
 σ_{PT} = deviazione standard pari al 25% del valore assegnato

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.

Per il calcolo del valore assegnato si eseguono i seguenti passaggi:

1. valutare, ed eliminare, eventuali dati grossolanamente anomali,
2. valutare che il numero di misure sia maggiore di 12 ($n > 12$),
3. valutare l'eventuale presenza di dati anomali (outliers) attraverso il calcolo di box plot per ogni parametro, utilizzando l'applicativo Minitab,
4. calcolare il valore assegnato corrispondente alla media robusta calcolata attraverso l'algoritmo A.

Come stabilito al p.to 6.5.2 della Norma ISO 13528:2022, l'algoritmo A è in grado di compensare la presenza di dati anomali fino ad una percentuale non superiore al 20% dell'intera popolazione di dati. Nel caso di una percentuale maggiore del 20% l'algoritmo A viene calcolato dopo aver eliminato gli outliers e dopo la valutazione che il numero di misure restanti sia maggiore di 12 ($n > 12$). In Tabella 13: statistica risultati ricevuti dai laboratori il dettaglio del numero di outlier e la percentuale rispetto al numero di risultati ottenuti.

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 piu' delle seguenti condizioni: omogeneita', stabilita', relazione fra σ_{PT} ed incertezza $U_{(x_{PT})}$.

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

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

| <i>parametri</i> | <i>media robusta (mg/kg)</i> <i>Valore assegnato</i> | σ_{PT} Std dev 25% | $U_{(xPT)}$ | $U_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$ |
|------------------|---|------------------------------|-------------|------------------------------|
| Acetamiprid | 0.800 | 0.200 | 0.0189 | si |
| Carbendazim | 0.511 | 0.128 | 0.0127 | si |
| EPN | 0.0378 | 0.00940 | 8.00E-04 | si |
| Fenpropidin | 0.0825 | 0.0206 | 0.0021 | si |
| Ometoato | 0.299 | 0.0748 | 0.0104 | si |
| Paclobutrazolo | 0.0404 | 0.0101 | 0.0011 | si |
| Teflubenzuron | 1.17 | 0.292 | 0.0297 | si |
| Zoxamide | 0.973 | 0.243 | 0.0183 | si |

Tabella 10: metodo di valutazione

| <i>parametri</i> | <i>omogeneità</i> | <i>stabilità</i> | $U_{(xPT)} < 0.3\sigma_{PT}$ | <i>metodo di valutazione</i> |
|------------------|-------------------|------------------|------------------------------|------------------------------|
| Acetamiprid | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Carbendazim | Pass | Pass | Pass | z-score |
| EPN | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Fenpropidin | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Ometoato | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Paclobutrazolo | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Teflubenzuron | Pass | Pass | Pass | z-score |
| Zoxamide | 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 11: valutazione adeguatezza del metodo

| Sostanza attiva | <i>media robusta (mg/kg)</i> | $S_{rval\ ARPAE}$ | $\frac{S_{rval\ ARPAE}}{\sigma_{PT}}$ | Valutazione |
|-----------------|------------------------------|-------------------|---------------------------------------|-------------|
| Acetamiprid | 0.800 | 0.00316 | 0.02 | Pass |
| Carbendazim | 0.511 | 0.00314 | 0.02 | Pass |
| EPN | 0.0378 | 0.00224 | 0.24 | Pass |
| Fenpropidin | 0.0825 | 0.00326 | 0.16 | Pass |
| Ometoato | 0.299 | 0.00225 | 0.03 | Pass |
| Paclobutrazolo | 0.0404 | 0.00246 | 0.24 | Pass |
| Teflubenzuron | 1.17 | 0.00512 | 0.02 | Pass |
| Zoxamide | 0.973 | 0.00342 | 0.01 | Pass |

Tabella 12: risultati dai laboratori in mg/kg

| s.a. | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
|------|-------------|-------------|--------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|
| 12 | 0.912 | 0.593 | ND | 0.083 | 0.378 | 0.038 | 1.1 | 0.999 |
| 55 | 0.82 | 0.48 | 0.04 | 0.08 | 0.27 | 0.037 | 1.1 | 0.9 |
| 138 | 0.815 | 0.512 | ND | ND | 0.260 | 0.041 | ND | 0.940 |
| 176 | 0.73 | 0.402 | 0.028 | 0.061 | 0.353 | 0.034 | 1.082 | 0.853 |
| 185 | 0.69 | 0.47 | 0.035 | 0.07 | 0.25 | 0.035 | 1.1 | 0.92 |
| 186 | 0.917 | 0.549 | 0.04 | 0.088 | 0.34 | 0.046 | 1.15 | 1.04 |
| 208 | 0.642 | 0.71 | 0.04 | 0.082 | 0.256 | 0.041 | 1.322 | 1.061 |
| 231 | 0 | 0 | | | | | | 0 |
| 242 | 0.9 | 0.58 | 0.047 | 0.09 | 0.35 | 0.05 | 1.45 | 1.01 |
| 254 | 0.709 | 0.502 | 0.038 | 0.094 | 0.289 | 0.04 | 1.008 | 1.028 |
| 299 | 0.83 | ND | ND | ND | ND | ND | ND | 1.01 |
| 315 | 0.65 | ND | ND | 0.097 | 0.16 | 0.032 | 2.9 | 0.99 |
| 335 | 0.82 | 0.49 | 0.034 | 0.080 | 0.30 | 0.044 | 1.1 | 1.1 |
| 352 | 0.864 | 0.476 | 0.0397 | 0.0770 | 0.306 | 0.0380 | 1.18 | 1.09 |
| 380 | 0.847 | 0.489 | 0.045 | 0.079 | 0.271 | 0.042 | 1.317 | 1.003 |
| 439 | 0.877 | 0.527 | 0.040 | 0.094 | 0.334 | 0.043 | 1.225 | 1.045 |
| 479 | 0.83 | 0.518 | 0.042 | 0.084 | 0.257 | 0.039 | 1.123 | 0.921 |
| 499 | 0.849 | 0.596 | 0.04 | 0.088 | 0.313 | 0.043 | 1.231 | 1.025 |
| 513 | 0.921 | 0.521 | 0.03 | 0.124 | ND | 0.042 | 1.27 | 1.066 |
| 538 | 0.60 | 0.32 | ND | 0.06 | 0.26 | 0.026 | 0.82 | 0.68 |
| 565 | 0.82 | ND | ND | 0.045 | 0.36 | 0.047 | 0.99 | 0.98 |
| 572 | 0.83 | 0.53 | 0.039 | 0.081 | 0.3 | 0.046 | 1.2 | 0.96 |
| 593 | 0.897 | 0.589 | 0.037 | 0.079 | 0.316 | 0.044 | 1.037 | 1 |
| 599 | 0.84 | 0.47 | 0.04 | 0.085 | 0.28 | 0.045 | 1.25 | 0.98 |
| 617 | 0.758 | 0.497 | 0.048 | 0.096 | 0.323 | 0.045 | 1.022 | 1.105 |
| 630 | 0.623 | ND | 0.029 | 0.075 | 0.237 | 0.032 | ND | 0.661 |
| 635 | 0.732 | 0.612 | 0.039 | 0.075 | 0.267 | 0.034 | 1.268 | 0.889 |
| 654 | NR | 0.6 | ND | 0.1 | 0.38 | 0.048 | ND | 1.12 |
| 685 | 0.788 | 0.462 | 0.035 | 0.08 | 0.307 | 0.037 | 1.168 | 0.878 |
| 698 | 0.817 | 0.48 | 0.033 | 0.082 | 0.29 | 0.037 | 1.18 | 0.85 |
| 710 | 0.82 | 0.48 | 0.045 | 0.095 | 0.36 | 0.042 | 1.1 | 1.05 |
| 762 | 0.73 | ND | 0.03 | 0.09 | 0.23 | 0.04 | 1.21 | 0.96 |
| 773 | 0.88 | 0.52 | 0.036 | 0.059 | 0.36 | 0.026 | 1.1 | 1 |
| 790 | 0.743 | 0.436 | 0.04 | NR | 0.251 | NR | 1.12 | 0.853 |
| 819 | 0.645 | 0.122 | ND | ND | ND | 0.038 | ND | 0.934 |
| 845 | 0.930 | 0.555 | 0.038 | 0.080 | 0.350 | 0.045 | 1.040 | 1.050 |
| 849 | 0.869 | 0.507 | 0 | 0.052 | 0 | 0.043 | 0.848 | 0.864 |
| 944 | 0.81 | 0.47 | 0.038 | 0.082 | 0.29 | 0.038 | 1.12 | 0.89 |
| 973 | 0.75 | 0.49 | 0.03 | 0.085 | 0.25 | 0.035 | 1.4 | 0.92 |
| 974 | 0.769 | ND | ND | ND | ND | 0.041 | ND | 0.873 |
| 977 | 0.695 | 0.535 | 0.034 | 0.08 | 0.282 | 0.039 | 1.57 | 1.01 |
| 984 | 0.91 | 0.507 | 0.037 | 0.089 | 0.336 | 0.049 | 1.32 | 1.07 |

15. Errori grossolani ovvi

Non sono presenti valori corrispondenti ad errori grossolani ovvi.

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

Tabella 13: statistica risultati ricevuti dai laboratori

| Statistica | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
|--|-------------|-------------|-----------|-------------|-----------|----------------|---------------|----------|
| Media Robusta _(mg/kg) | 0.800 | 0.511 | 0.0378 | 0.0825 | 0.299 | 0.0404 | 1.17 | 0.973 |
| Mediana (m _{Lab}) _(mg/kg) | 0.820 | 0.505 | 0.0380 | 0.0820 | 0.290 | 0.0410 | 1.15 | 0.985 |
| num. misure (n) | 41 | 36 | 32 | 36 | 37 | 39 | 35 | 42 |
| gradi di libertà (gdl) | 40 | 35 | 31 | 35 | 36 | 38 | 34 | 41 |
| n° lab. con nr | 1 | 0 | 0 | 1 | 0 | 1 | 0 | 0 |
| n° lab. con nd | 0 | 6 | 10 | 5 | 5 | 2 | 7 | 0 |
| n° lab. con errori grossolani | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| n° outliers | 1 | 4 | 1 | 4 | 1 | 2 | 3 | 2 |
| % outliers | 2.4% | 11.1% | 3.1% | 11.1% | 2.7% | 5.1% | 8.6% | 4.8% |
| valore minimo (vm _{Lab}) _(mg/kg) | 0.00 | 0.000 | 0.0 | 0.045 | 0.0 | 0.026 | 0.82 | 0.000 |
| valore massimo (VM _{Lab}) _(mg/kg) | 0.930 | 0.71 | 0.048 | 0.1240 | 0.38 | 0.05 | 2.9 | 1.12 |
| ds robusta | 0.0956 | 0.0603 | 0.00360 | 0.0103 | 0.0499 | 0.00560 | 0.141 | 0.0935 |
| Std dev 25% | 0.200 | 0.128 | 0.00940 | 0.0206 | 0.0748 | 0.0101 | 0.292 | 0.243 |
| Incertezza (u _(XPT)) | 0.0189 | 0.0127 | 8.00E-04 | 0.0021 | 0.0104 | 0.0011 | 0.0297 | 0.0183 |
| dev. std. media (Sm _{Lab}) | 2.39E-02 | 2.09E-02 | 1.47E-03 | 2.40E-03 | 1.13E-02 | 9.01E-04 | 5.58E-02 | 2.77E-02 |
| Varianza | 2.35E-02 | 1.57E-02 | 6.94E-05 | 2.08E-04 | 4.69E-03 | 3.16E-05 | 0.1092 | 0.0323 |
| Giustezza (Giu _{Lab}) | -5.10E-02 | -5.68E-03 | -2.80E-02 | -1.08E-03 | -3.11E-02 | 3.17E-04 | 5.30E-02 | 5.81E-02 |

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

Tabella 14: risultati Acetamiprid (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Acetamiprid | z-score Acetamiprid |
|---|-------------|---------------------|
| 12 | 0.912 | 0.56 |
| 55 | 0.82 | 0.10 |
| 138 | 0.815 | 0.07 |
| 176 | 0.73 | -0.35 |
| 185 | 0.69 | -0.55 |
| 186 | 0.917 | 0.58 |
| 208 | 0.642 | -0.79 |
| 231 | 0 | -4.00 |
| 242 | 0.9 | 0.50 |
| 254 | 0.709 | -0.46 |
| 299 | 0.83 | 0.15 |
| 315 | 0.65 | -0.75 |
| 335 | 0.82 | 0.10 |
| 352 | 0.864 | 0.32 |
| 380 | 0.847 | 0.23 |
| 439 | 0.877 | 0.38 |
| 479 | 0.83 | 0.15 |
| 499 | 0.849 | 0.24 |
| 513 | 0.921 | 0.60 |
| 538 | 0.60 | -1.00 |
| 565 | 0.82 | 0.10 |
| 572 | 0.83 | 0.15 |
| 593 | 0.897 | 0.48 |
| 599 | 0.84 | 0.20 |
| 617 | 0.758 | -0.21 |
| 630 | 0.623 | -0.89 |
| 635 | 0.732 | -0.34 |
| 654 | NR | 5.00 |
| 685 | 0.788 | -0.06 |
| 698 | 0.817 | 0.08 |
| 710 | 0.82 | 0.10 |
| 762 | 0.73 | -0.35 |
| 773 | 0.88 | 0.40 |
| 790 | 0.743 | -0.29 |
| 819 | 0.645 | -0.78 |
| 845 | 0.930 | 0.65 |
| 849 | 0.869 | 0.34 |
| 944 | 0.81 | 0.05 |
| 973 | 0.75 | -0.25 |
| 974 | 0.769 | -0.16 |
| 977 | 0.695 | -0.53 |
| 984 | 0.91 | 0.55 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 5: Acetamidrid

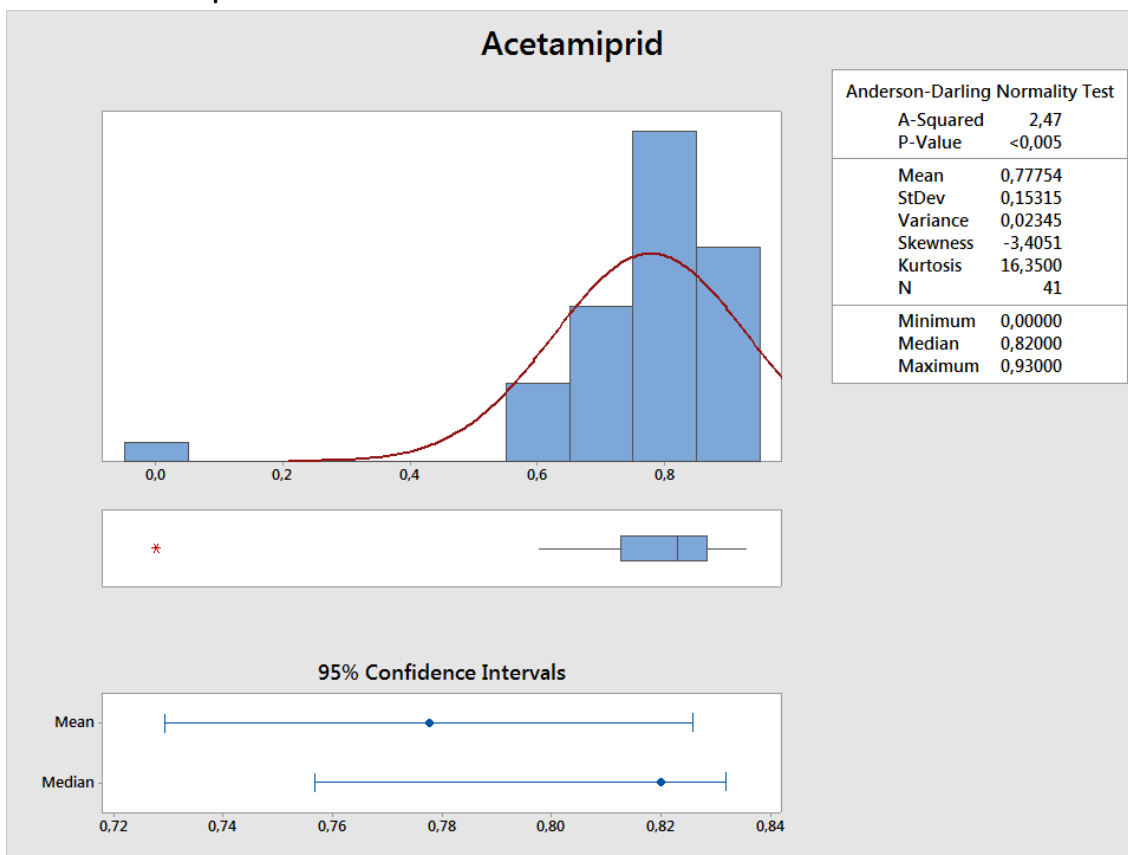


Grafico 6: Box plot Acetamidrid

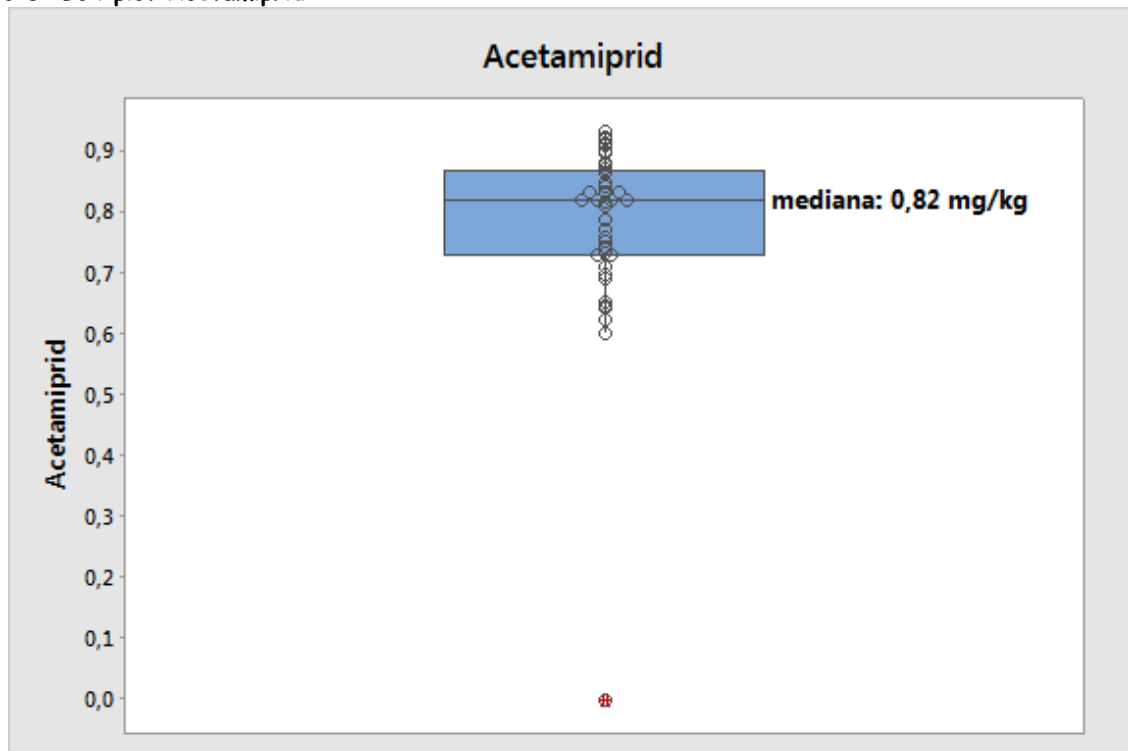
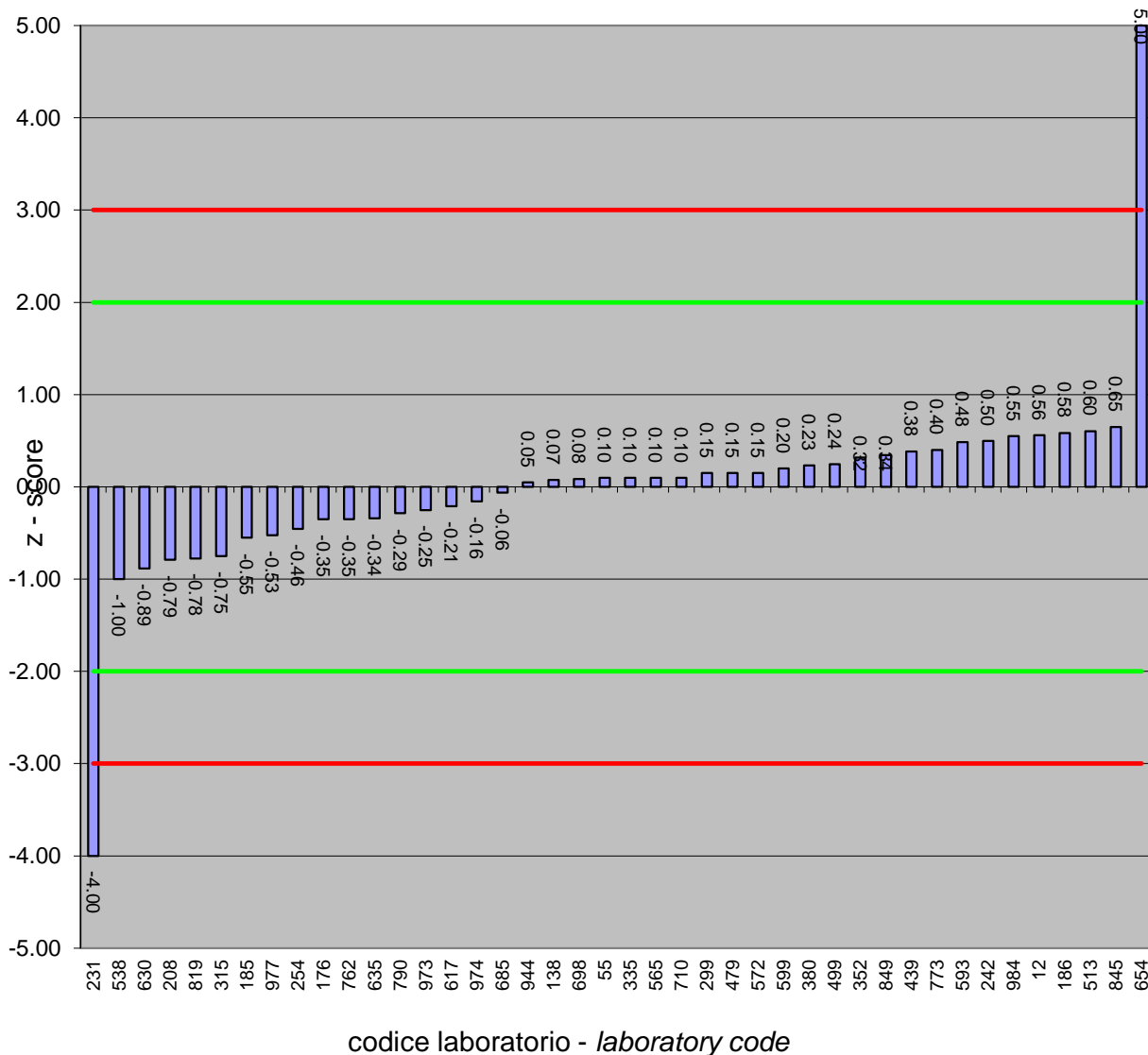


Grafico 7: Acetamidrid - z-score



Legend: █ █ z= - 3 █ z= - 2 █ z= 2 █ z= 3

Tabella 15: risultati Carbendazim (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Carbendazim | z-score Carbendazim |
|---|-------------|---------------------|
| 12 | 0.593 | 0.64 |
| 55 | 0.48 | -0.25 |
| 138 | 0.512 | 0.01 |
| 176 | 0.402 | -0.86 |
| 185 | 0.47 | -0.32 |
| 186 | 0.549 | 0.29 |
| 208 | 0.71 | 1.55 |
| 231 | 0 | -4.00 |
| 242 | 0.58 | 0.54 |
| 254 | 0.502 | -0.07 |
| 299 | ND | |
| 315 | ND | |
| 335 | 0.49 | -0.17 |
| 352 | 0.476 | -0.28 |
| 380 | 0.489 | -0.18 |
| 439 | 0.527 | 0.12 |
| 479 | 0.518 | 0.05 |
| 499 | 0.596 | 0.66 |
| 513 | 0.521 | 0.08 |
| 538 | 0.32 | -1.50 |
| 565 | ND | |
| 572 | 0.53 | 0.15 |
| 593 | 0.589 | 0.61 |
| 599 | 0.47 | -0.32 |
| 617 | 0.497 | -0.11 |
| 630 | ND | |
| 635 | 0.612 | 0.79 |
| 654 | 0.6 | 0.69 |
| 685 | 0.462 | -0.39 |
| 698 | 0.48 | -0.25 |
| 710 | 0.48 | -0.25 |
| 762 | ND | |
| 773 | 0.52 | 0.07 |
| 790 | 0.436 | -0.59 |
| 819 | 0.122 | -3.05 |
| 845 | 0.555 | 0.34 |
| 849 | 0.507 | -0.03 |
| 944 | 0.47 | -0.32 |
| 973 | 0.49 | -0.17 |
| 974 | ND | |
| 977 | 0.535 | 0.19 |
| 984 | 0.507 | -0.03 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 8: Carbendazim

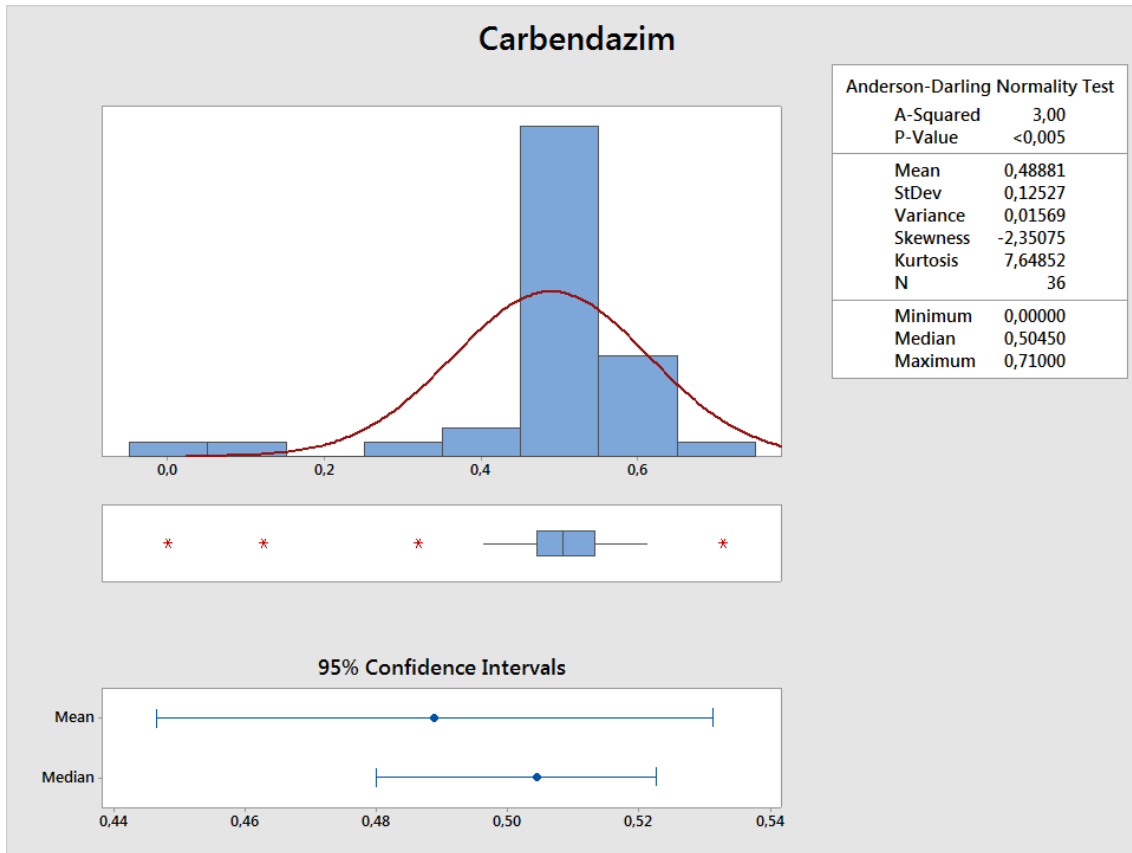


Grafico 9: Box plot Carbendazim

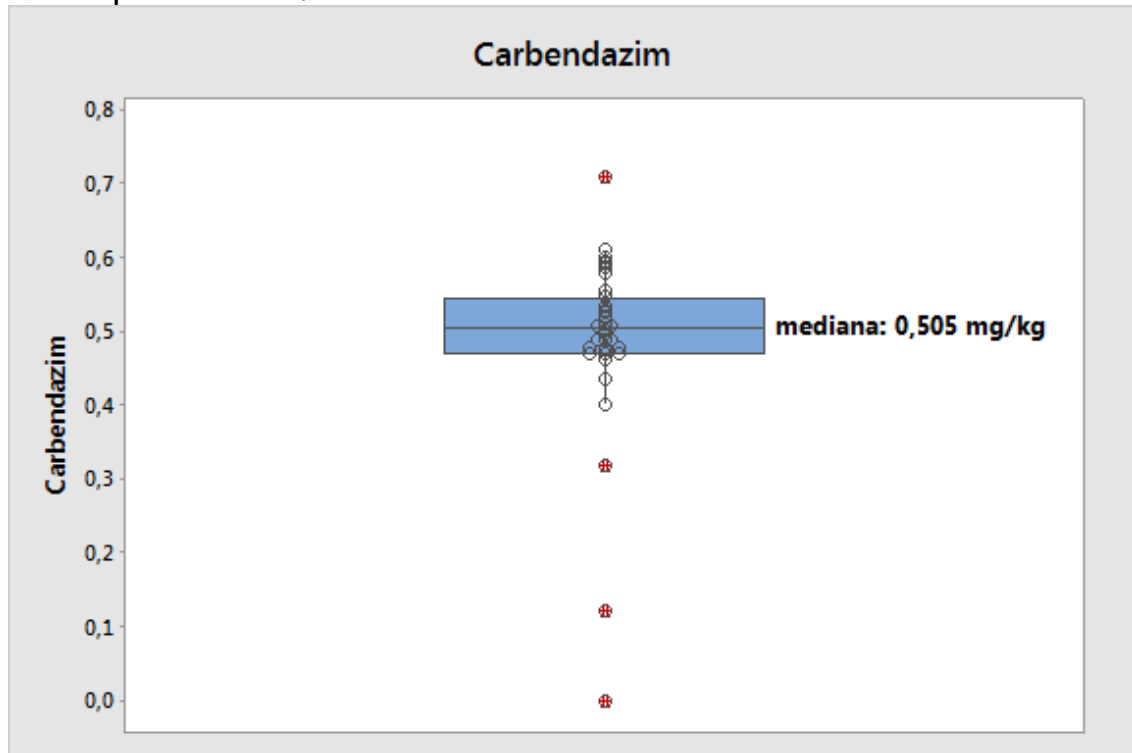


Grafico 10: Carbendazim - z-score

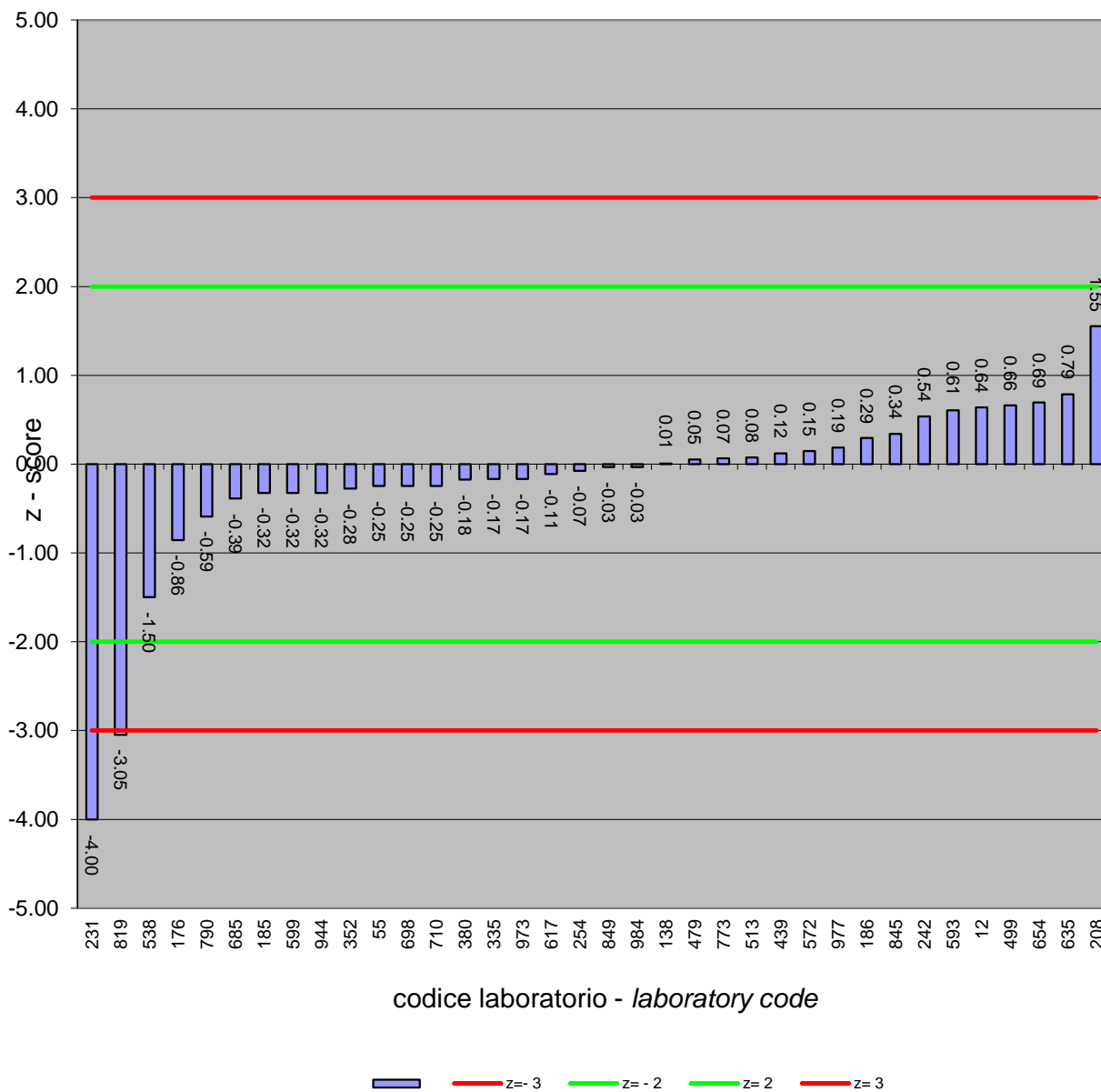


Tabella 16: risultati EPN (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - laboratory code | EPN | z-score EPN |
|--------------------------------------|--------|-------------|
| 12 | ND | |
| 55 | 0.04 | 0.23 |
| 138 | ND | |
| 176 | 0.028 | -1.04 |
| 185 | 0.035 | -0.30 |
| 186 | 0.04 | 0.23 |
| 208 | 0.04 | 0.23 |
| 231 | ND | |
| 242 | 0.047 | 0.98 |
| 254 | 0.038 | 0.02 |
| 299 | ND | |
| 315 | ND | |
| 335 | 0.034 | -0.40 |
| 352 | 0.0397 | 0.20 |
| 380 | 0.045 | 0.77 |
| 439 | 0.040 | 0.23 |
| 479 | 0.042 | 0.45 |
| 499 | 0.04 | 0.23 |
| 513 | 0.03 | -0.83 |
| 538 | ND | |
| 565 | ND | |
| 572 | 0.039 | 0.13 |
| 593 | 0.037 | -0.09 |
| 599 | 0.04 | 0.23 |
| 617 | 0.048 | 1.09 |
| 630 | 0.029 | -0.94 |
| 635 | 0.039 | 0.13 |
| 654 | ND | |
| 685 | 0.035 | -0.30 |
| 698 | 0.033 | -0.51 |
| 710 | 0.045 | 0.77 |
| 762 | 0.03 | -0.83 |
| 773 | 0.036 | -0.19 |
| 790 | 0.04 | 0.23 |
| 819 | ND | |
| 845 | 0.038 | 0.02 |
| 849 | 0 | -4.02 |
| 944 | 0.038 | 0.02 |
| 973 | 0.03 | -0.83 |
| 974 | ND | |
| 977 | 0.034 | -0.40 |
| 984 | 0.037 | -0.09 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 11: EPN

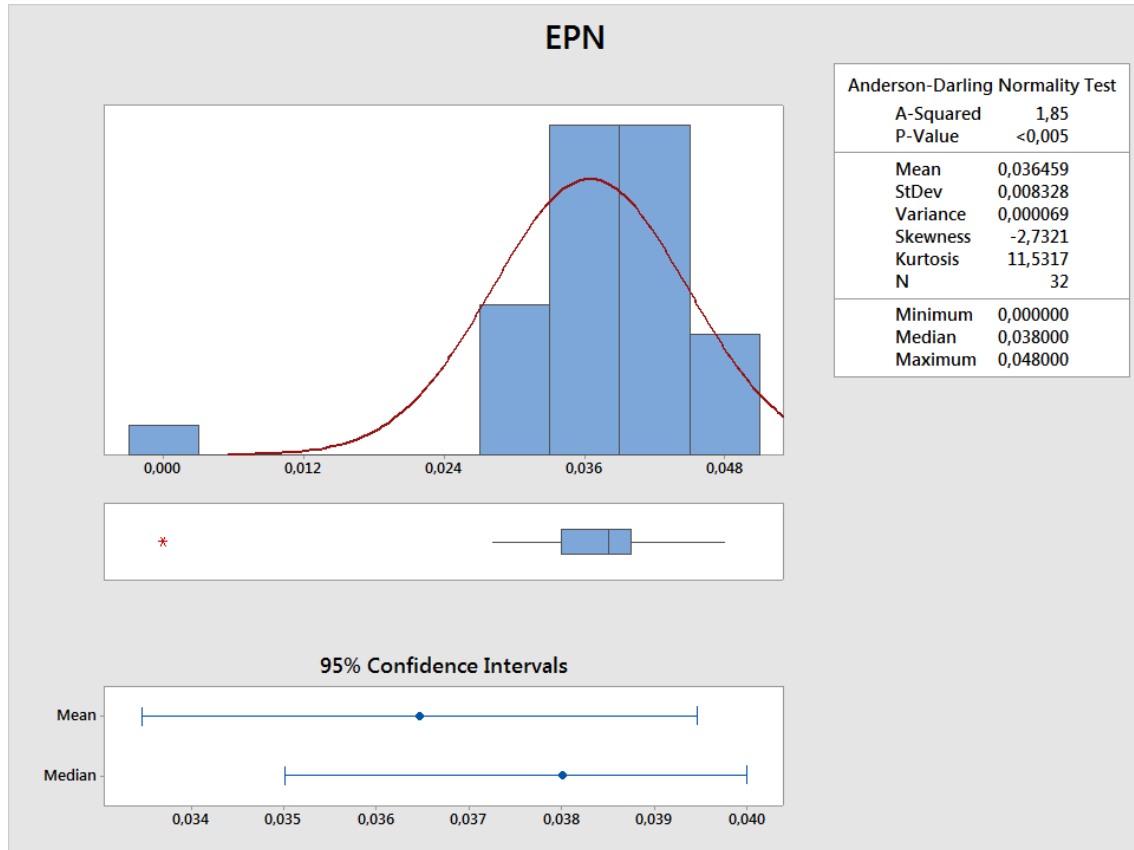


Grafico 12: Box plot EPN

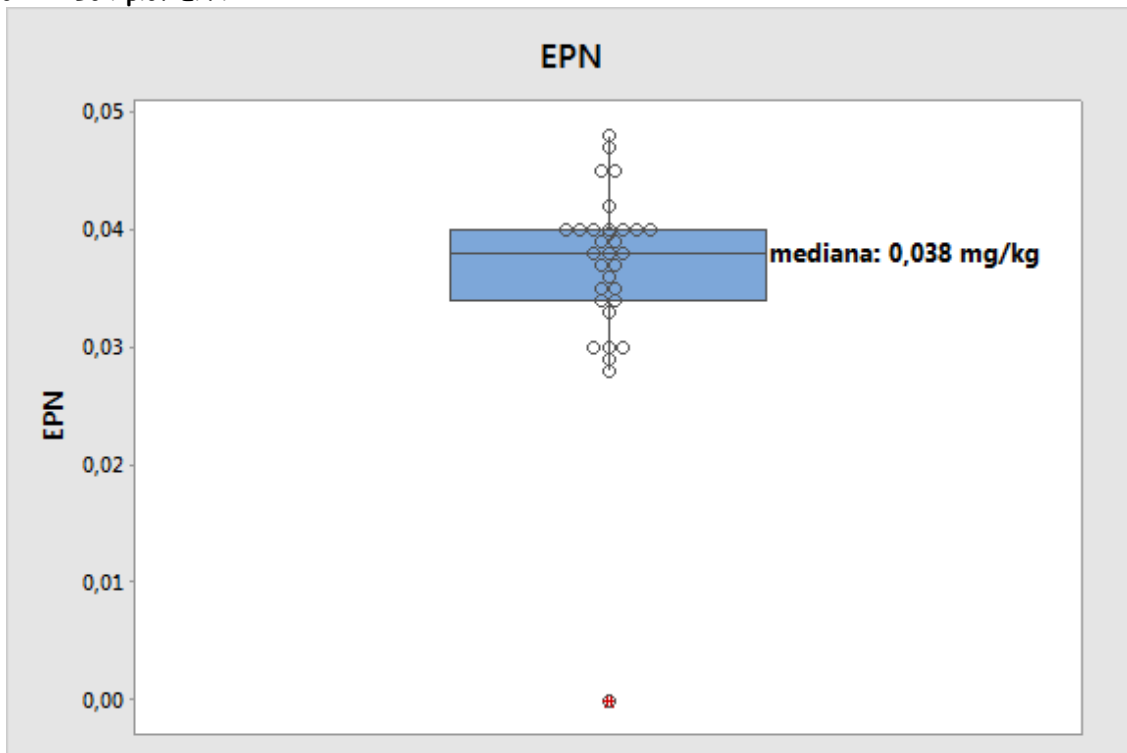


Grafico 13: EPN -z-score

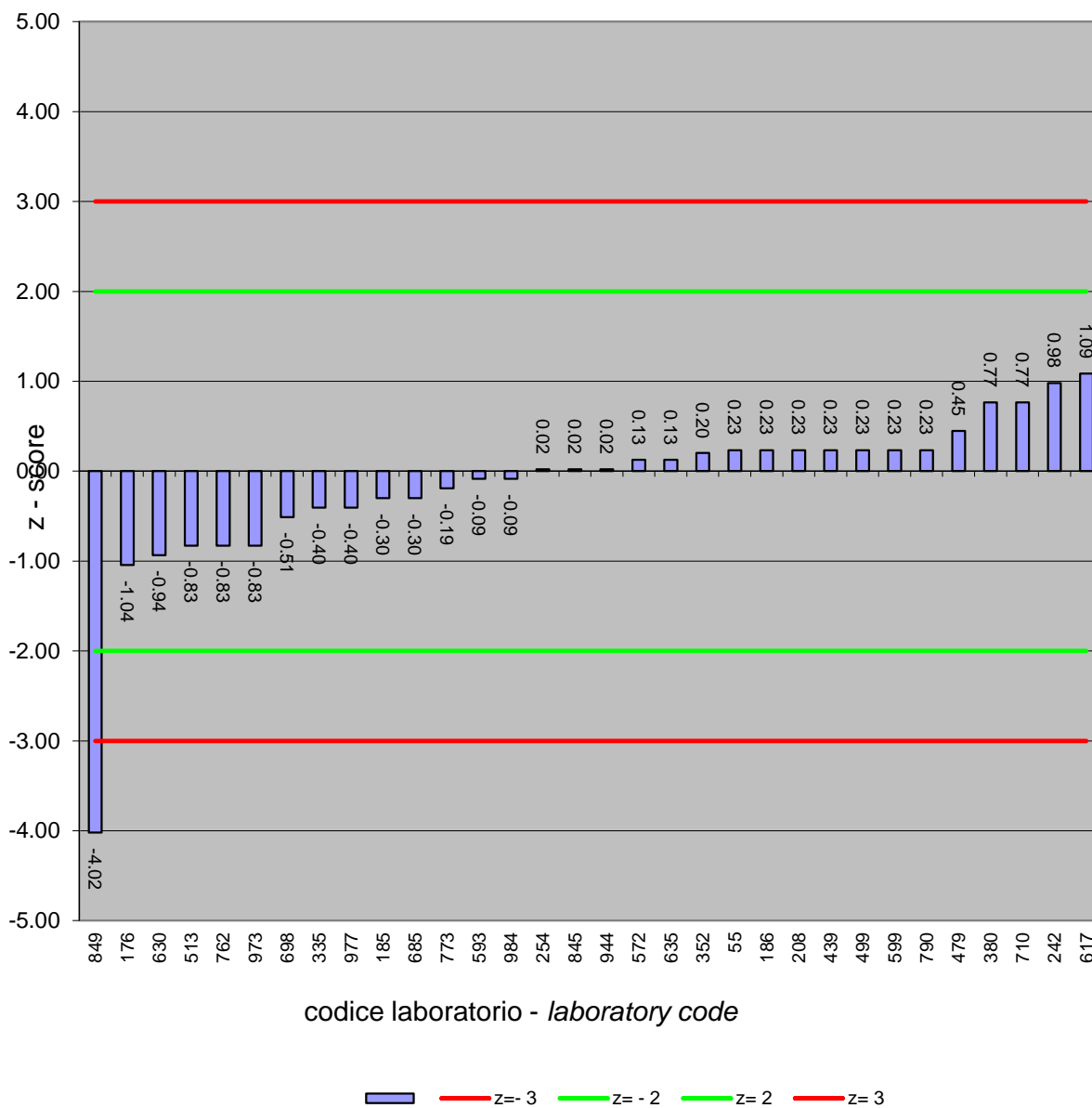


Tabella 17: risultati Fenpropidin (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Fenpropidin | z-score Fenpropidin |
|---|-------------|---------------------|
| 12 | 0.083 | 0.02 |
| 55 | 0.08 | -0.12 |
| 138 | ND | |
| 176 | 0.061 | -1.04 |
| 185 | 0.07 | -0.61 |
| 186 | 0.088 | 0.27 |
| 208 | 0.082 | -0.02 |
| 231 | ND | |
| 242 | 0.09 | 0.36 |
| 254 | 0.094 | 0.56 |
| 299 | ND | |
| 315 | 0.097 | 0.70 |
| 335 | 0.080 | -0.12 |
| 352 | 0.0770 | -0.27 |
| 380 | 0.079 | -0.17 |
| 439 | 0.094 | 0.56 |
| 479 | 0.084 | 0.07 |
| 499 | 0.088 | 0.27 |
| 513 | 0.124 | 2.02 |
| 538 | 0.06 | -1.09 |
| 565 | 0.045 | -1.82 |
| 572 | 0.081 | -0.07 |
| 593 | 0.079 | -0.17 |
| 599 | 0.085 | 0.12 |
| 617 | 0.096 | 0.66 |
| 630 | 0.075 | -0.36 |
| 635 | 0.075 | -0.36 |
| 654 | 0.1 | 0.85 |
| 685 | 0.08 | -0.12 |
| 698 | 0.082 | -0.02 |
| 710 | 0.095 | 0.61 |
| 762 | 0.09 | 0.36 |
| 773 | 0.059 | -1.14 |
| 790 | NR | 5.00 |
| 819 | ND | |
| 845 | 0.080 | -0.12 |
| 849 | 0.052 | -1.48 |
| 944 | 0.082 | -0.02 |
| 973 | 0.085 | 0.12 |
| 974 | ND | |
| 977 | 0.08 | -0.12 |
| 984 | 0.089 | 0.32 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 14: Fenpropidin

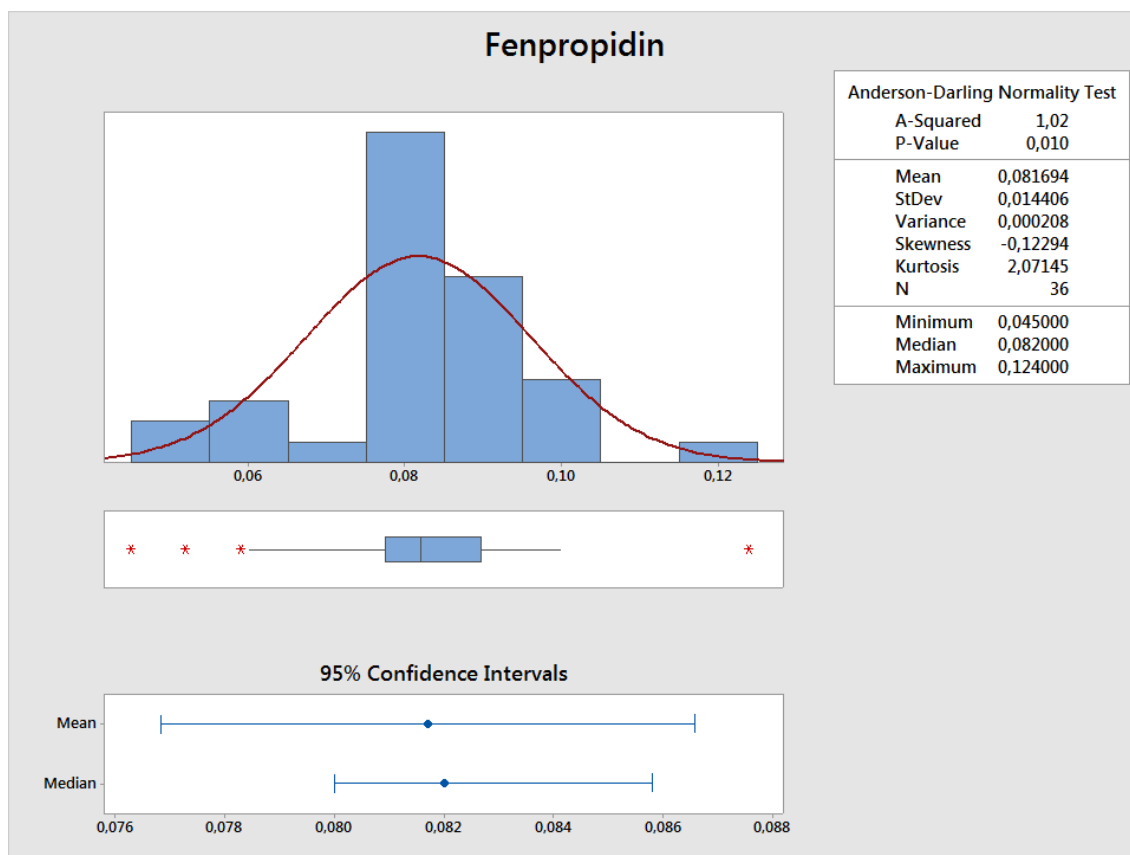


Grafico 15: Box plot Fenpropidin

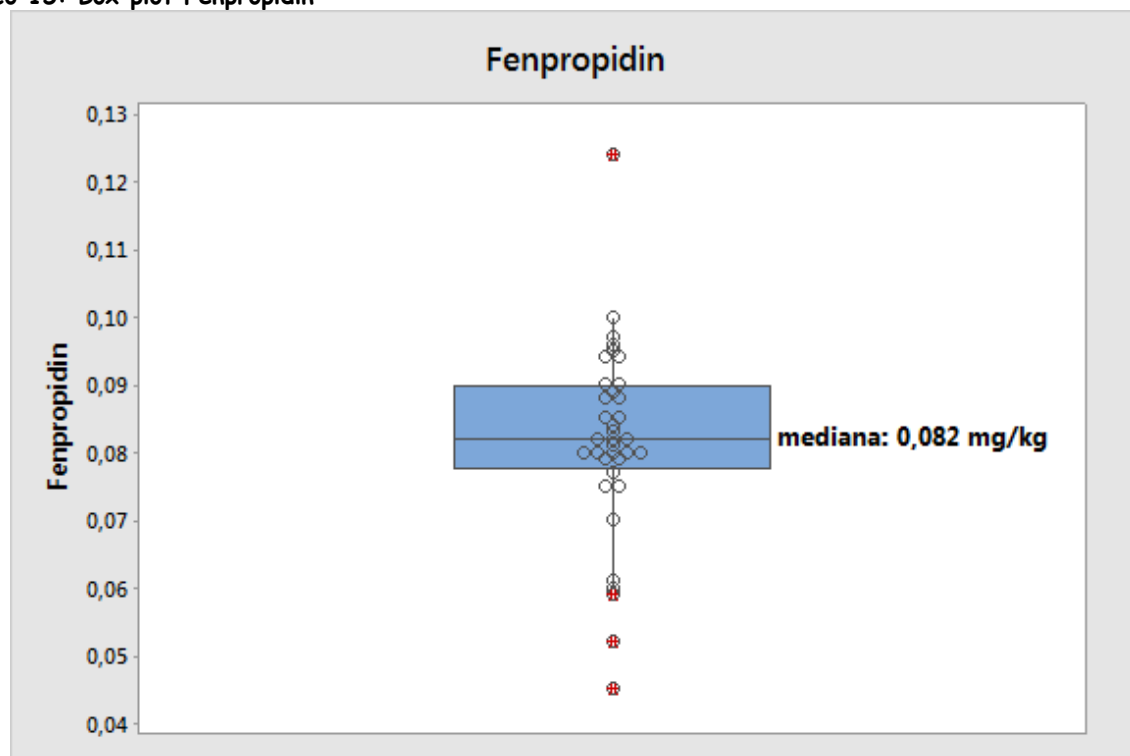


Grafico 16: Fenpropidin - z-score

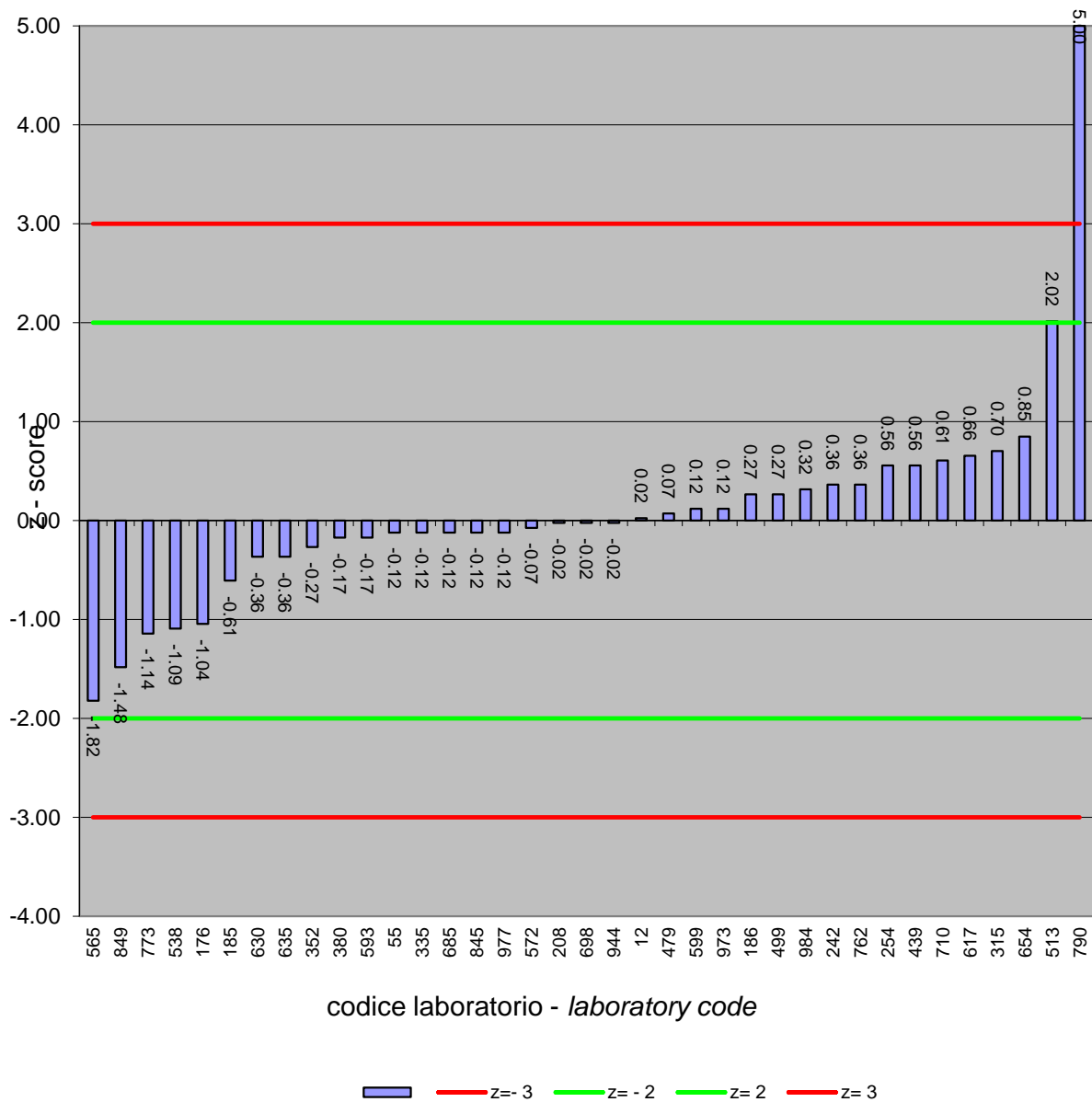


Tabella 18: risultati Ometoato (in mg/kg) -z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Ometoato | z-score Ometoato |
|---|----------|------------------|
| 12 | 0.378 | 1.05 |
| 55 | 0.27 | -0.39 |
| 138 | 0.260 | -0.52 |
| 176 | 0.353 | 0.72 |
| 185 | 0.25 | -0.66 |
| 186 | 0.34 | 0.55 |
| 208 | 0.256 | -0.58 |
| 231 | ND | |
| 242 | 0.35 | 0.68 |
| 254 | 0.289 | -0.14 |
| 299 | ND | |
| 315 | 0.16 | -1.86 |
| 335 | 0.30 | 0.01 |
| 352 | 0.306 | 0.09 |
| 380 | 0.271 | -0.38 |
| 439 | 0.334 | 0.47 |
| 479 | 0.257 | -0.56 |
| 499 | 0.313 | 0.18 |
| 513 | ND | |
| 538 | 0.26 | -0.52 |
| 565 | 0.36 | 0.81 |
| 572 | 0.3 | 0.01 |
| 593 | 0.316 | 0.23 |
| 599 | 0.28 | -0.26 |
| 617 | 0.323 | 0.32 |
| 630 | 0.237 | -0.83 |
| 635 | 0.267 | -0.43 |
| 654 | 0.38 | 1.08 |
| 685 | 0.307 | 0.10 |
| 698 | 0.29 | -0.12 |
| 710 | 0.36 | 0.81 |
| 762 | 0.23 | -0.93 |
| 773 | 0.36 | 0.81 |
| 790 | 0.251 | -0.64 |
| 819 | ND | |
| 845 | 0.350 | 0.68 |
| 849 | 0 | -4.00 |
| 944 | 0.29 | -0.12 |
| 973 | 0.25 | -0.66 |
| 974 | ND | |
| 977 | 0.282 | -0.23 |
| 984 | 0.336 | 0.49 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 17: Ometoato

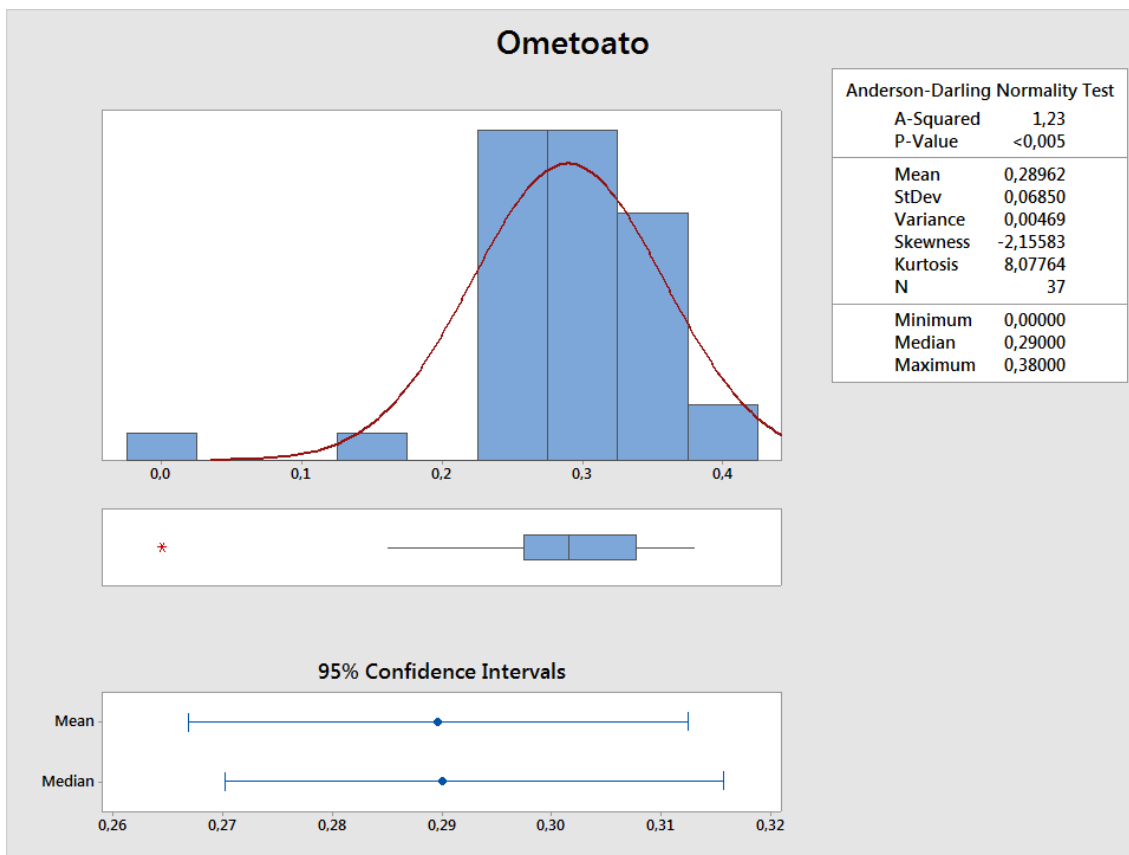


Grafico 18: Box plot Ometoato

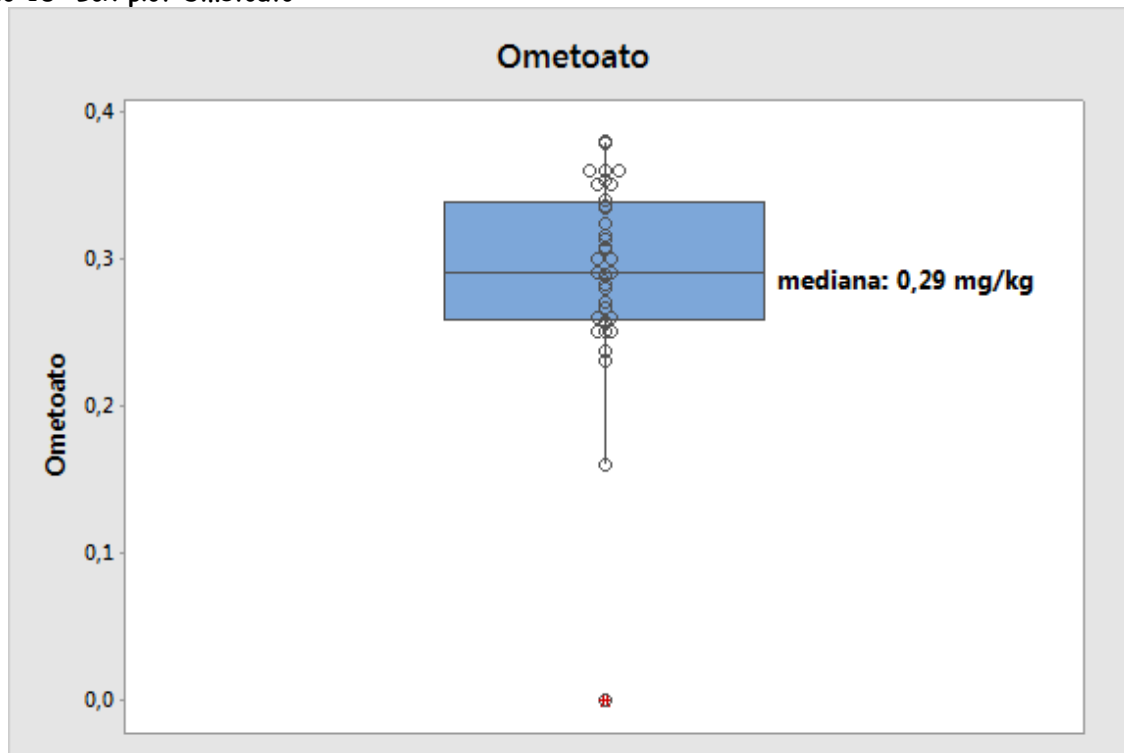
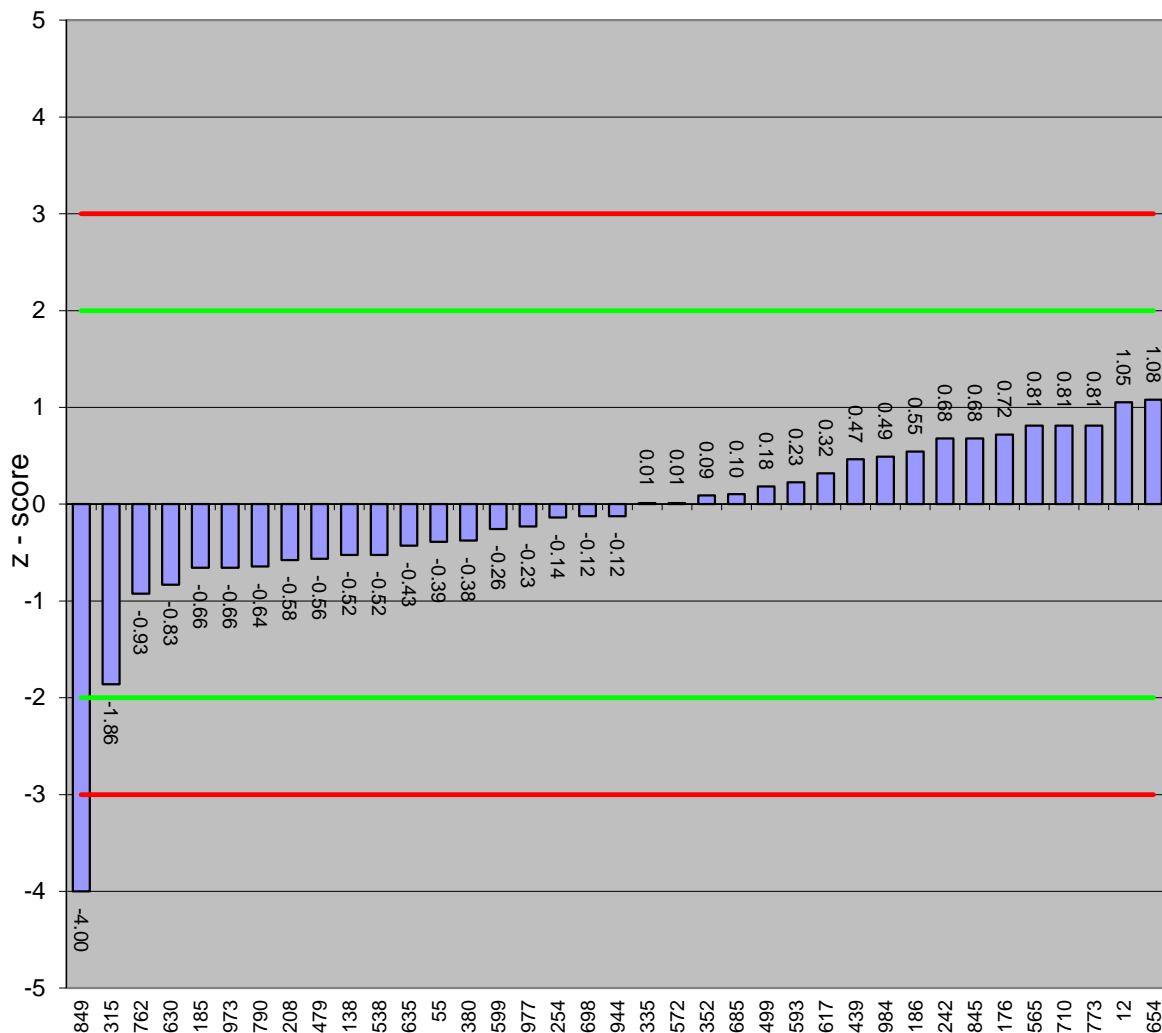


Grafico 19: Omototato - z-score



codice laboratorio - laboratory code

█
█ z=- 3
 █ z= - 2
 █ z= 2
 █ z= 3

Tabella 19: risultati Paclobutrazolo (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Paclobutrazolo | z-score Paclobutrazolo |
|---|----------------|------------------------|
| 12 | 0.038 | -0.24 |
| 55 | 0.037 | -0.34 |
| 138 | 0.041 | 0.06 |
| 176 | 0.034 | -0.63 |
| 185 | 0.035 | -0.54 |
| 186 | 0.046 | 0.55 |
| 208 | 0.041 | 0.06 |
| 231 | ND | |
| 242 | 0.05 | 0.95 |
| 254 | 0.04 | -0.04 |
| 299 | ND | |
| 315 | 0.032 | -0.83 |
| 335 | 0.044 | 0.36 |
| 352 | 0.0380 | -0.24 |
| 380 | 0.042 | 0.16 |
| 439 | 0.043 | 0.26 |
| 479 | 0.039 | -0.14 |
| 499 | 0.043 | 0.26 |
| 513 | 0.042 | 0.16 |
| 538 | 0.026 | -1.43 |
| 565 | 0.047 | 0.65 |
| 572 | 0.046 | 0.55 |
| 593 | 0.044 | 0.36 |
| 599 | 0.045 | 0.46 |
| 617 | 0.045 | 0.46 |
| 630 | 0.032 | -0.83 |
| 635 | 0.034 | -0.63 |
| 654 | 0.048 | 0.75 |
| 685 | 0.037 | -0.34 |
| 698 | 0.037 | -0.34 |
| 710 | 0.042 | 0.16 |
| 762 | 0.04 | -0.04 |
| 773 | 0.026 | -1.43 |
| 790 | NR | 5.00 |
| 819 | 0.038 | -0.24 |
| 845 | 0.045 | 0.46 |
| 849 | 0.043 | 0.26 |
| 944 | 0.038 | -0.24 |
| 973 | 0.035 | -0.54 |
| 974 | 0.041 | 0.06 |
| 977 | 0.039 | -0.14 |
| 984 | 0.049 | 0.85 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 20: Paclobutrazolo

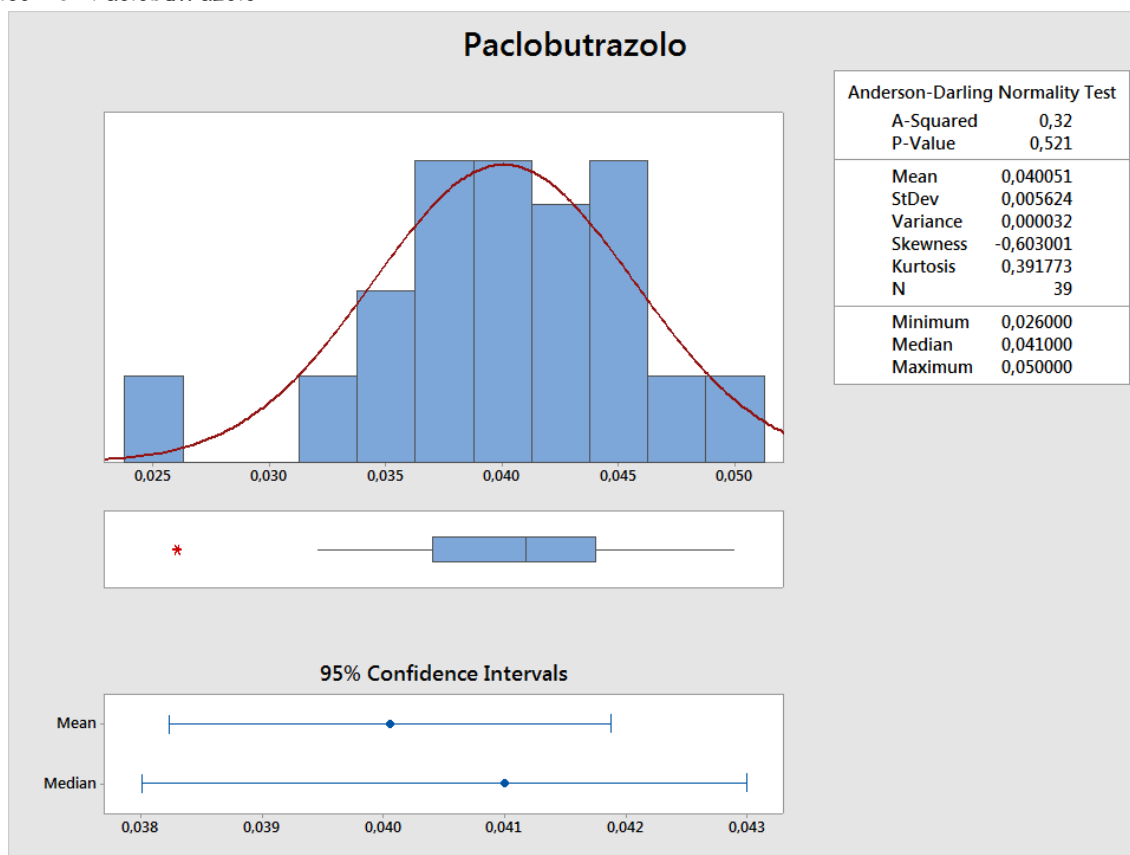


Grafico 21: Box plot Paclobutrazolo

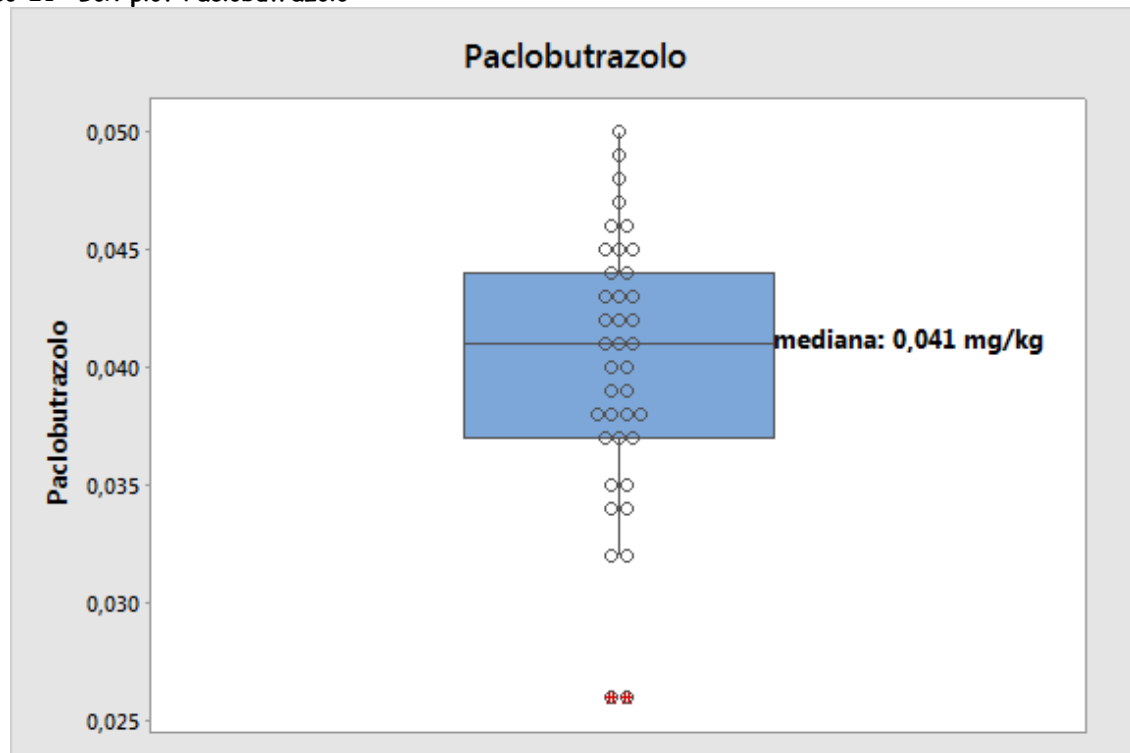
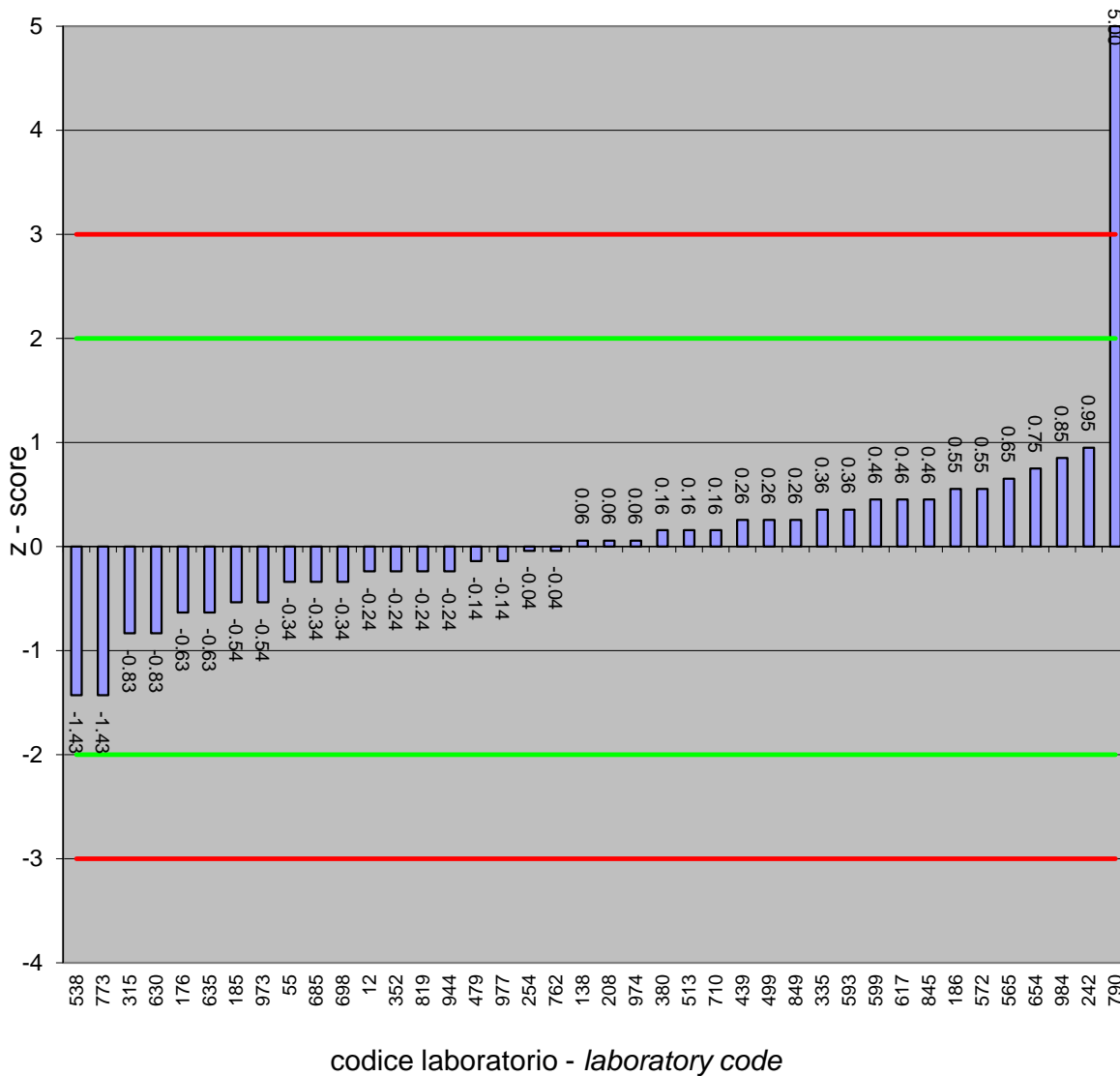


Grafico 22: Paclobutrazolo -z-score



█
█ z=- 3
 █ z= - 2
 █ z= 2
 █ z= 3

Tabella 20: risultati Teflubenzuron (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Teflubenzuron | z-score Teflubenzuron |
|---|---------------|-----------------------|
| 12 | 1.1 | -0.23 |
| 55 | 1.1 | -0.23 |
| 138 | ND | |
| 176 | 1.082 | -0.29 |
| 185 | 1.1 | -0.23 |
| 186 | 1.15 | -0.06 |
| 208 | 1.322 | 0.53 |
| 231 | ND | |
| 242 | 1.45 | 0.97 |
| 254 | 1.008 | -0.55 |
| 299 | ND | |
| 315 | 2.9 | 5.94 |
| 335 | 1.1 | -0.23 |
| 352 | 1.18 | 0.04 |
| 380 | 1.317 | 0.51 |
| 439 | 1.225 | 0.20 |
| 479 | 1.123 | -0.15 |
| 499 | 1.231 | 0.22 |
| 513 | 1.27 | 0.35 |
| 538 | 0.82 | -1.19 |
| 565 | 0.99 | -0.61 |
| 572 | 1.2 | 0.11 |
| 593 | 1.037 | -0.45 |
| 599 | 1.25 | 0.28 |
| 617 | 1.022 | -0.50 |
| 630 | ND | |
| 635 | 1.268 | 0.35 |
| 654 | ND | |
| 685 | 1.168 | 0.00 |
| 698 | 1.18 | 0.04 |
| 710 | 1.1 | -0.23 |
| 762 | 1.21 | 0.15 |
| 773 | 1.1 | -0.23 |
| 790 | 1.12 | -0.16 |
| 819 | ND | |
| 845 | 1.040 | -0.44 |
| 849 | 0.848 | -1.09 |
| 944 | 1.12 | -0.16 |
| 973 | 1.4 | 0.80 |
| 974 | ND | |
| 977 | 1.57 | 1.38 |
| 984 | 1.32 | 0.52 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 23: Teflubenzuron

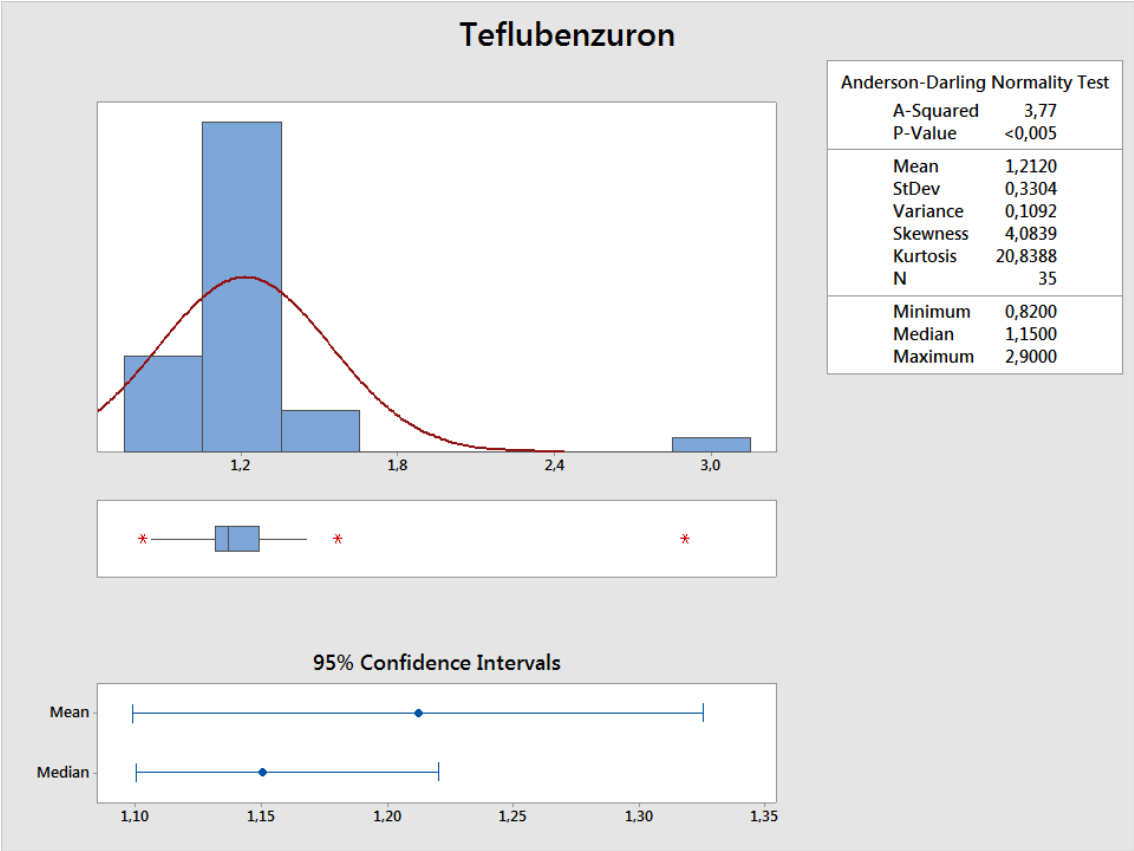


Grafico 24: Box plot Teflubenzuron

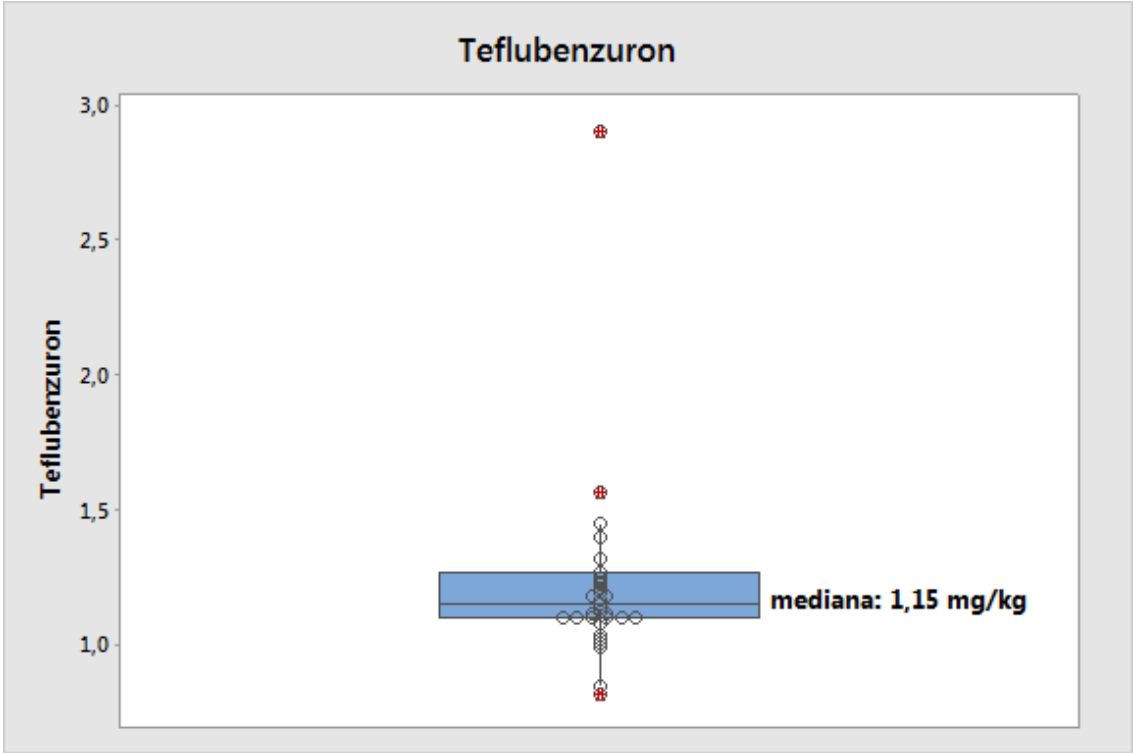


Grafico 25: Teflubenzuron -z-score

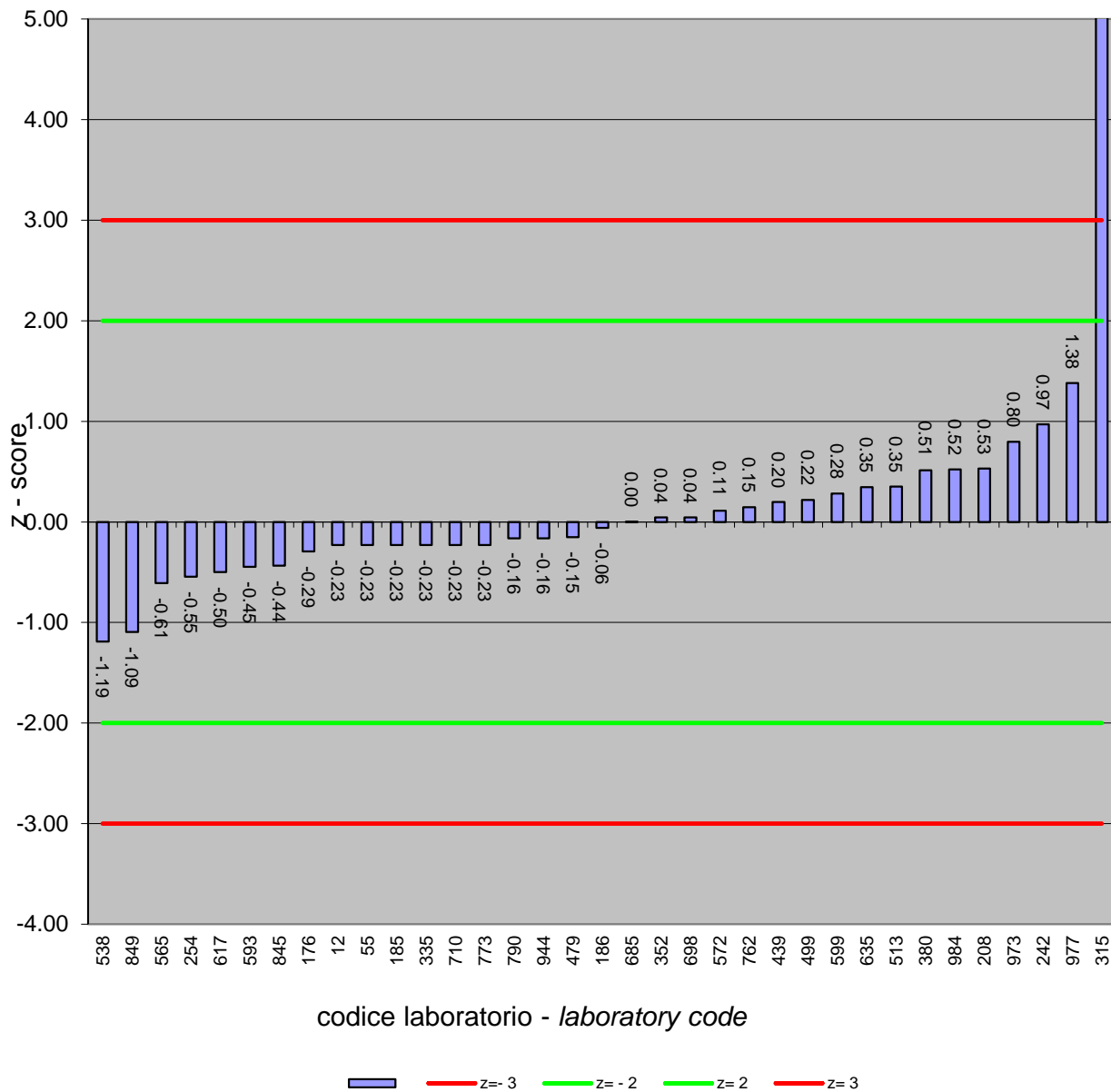


Tabella 21: risultati Zoxamide (in mg/kg) - z-score

| codice laboratorio - <i>laboratory code</i> | Zoxamide | z-score Zoxamide |
|---|----------|------------------|
| 12 | 0.999 | 0.11 |
| 55 | 0.9 | -0.30 |
| 138 | 0.940 | -0.14 |
| 176 | 0.853 | -0.49 |
| 185 | 0.92 | -0.22 |
| 186 | 1.04 | 0.28 |
| 208 | 1.061 | 0.36 |
| 231 | 0 | -4.00 |
| 242 | 1.01 | 0.15 |
| 254 | 1.028 | 0.23 |
| 299 | 1.01 | 0.15 |
| 315 | 0.99 | 0.07 |
| 335 | 1.1 | 0.52 |
| 352 | 1.09 | 0.48 |
| 380 | 1.003 | 0.12 |
| 439 | 1.045 | 0.30 |
| 479 | 0.921 | -0.21 |
| 499 | 1.025 | 0.21 |
| 513 | 1.066 | 0.38 |
| 538 | 0.68 | -1.21 |
| 565 | 0.98 | 0.03 |
| 572 | 0.96 | -0.05 |
| 593 | 1 | 0.11 |
| 599 | 0.98 | 0.03 |
| 617 | 1.105 | 0.54 |
| 630 | 0.661 | -1.28 |
| 635 | 0.889 | -0.35 |
| 654 | 1.12 | 0.60 |
| 685 | 0.878 | -0.39 |
| 698 | 0.85 | -0.51 |
| 710 | 1.05 | 0.32 |
| 762 | 0.96 | -0.05 |
| 773 | 1 | 0.11 |
| 790 | 0.853 | -0.49 |
| 819 | 0.934 | -0.16 |
| 845 | 1.050 | 0.32 |
| 849 | 0.864 | -0.45 |
| 944 | 0.89 | -0.34 |
| 973 | 0.92 | -0.22 |
| 974 | 0.873 | -0.41 |
| 977 | 1.01 | 0.15 |
| 984 | 1.07 | 0.40 |

Nota:

- NR: non rilevato
- ND= non determinato

Vedi definizione paragrafo 18

Grafico 26: Zoxamide

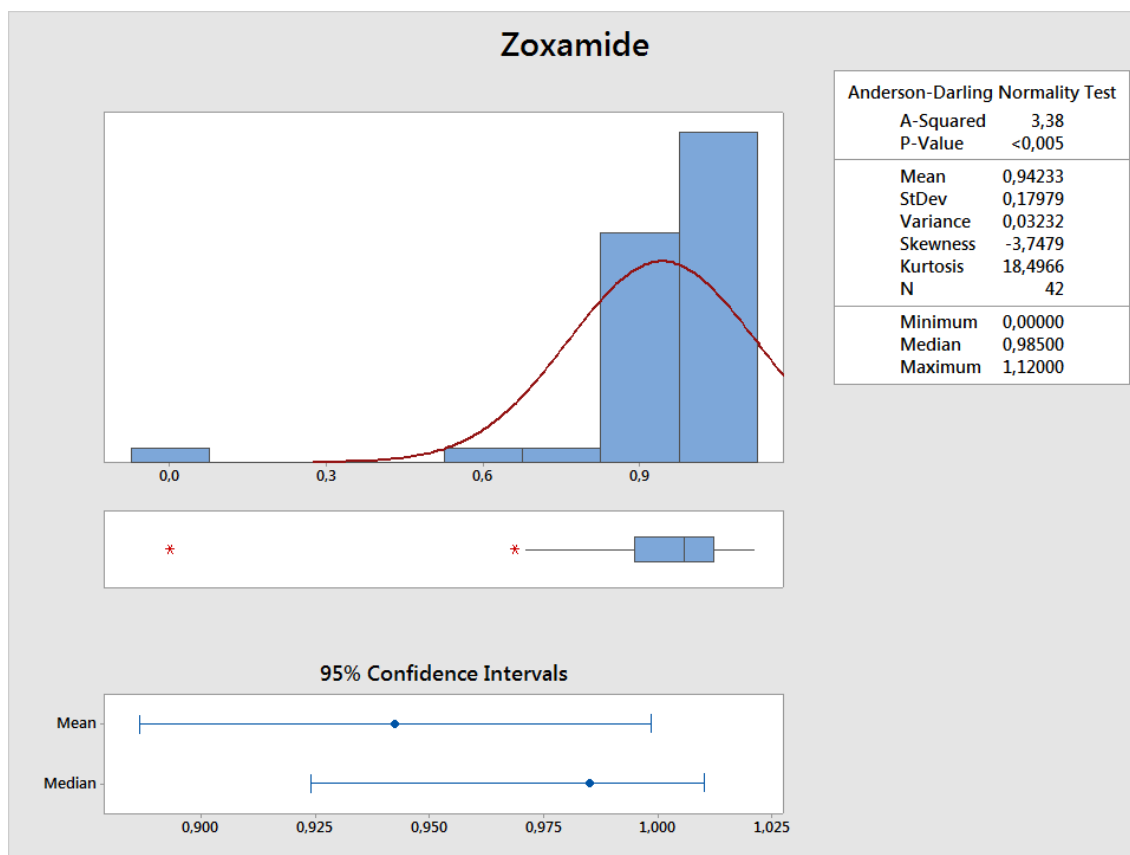


Grafico 27: Box plot Zoxamide

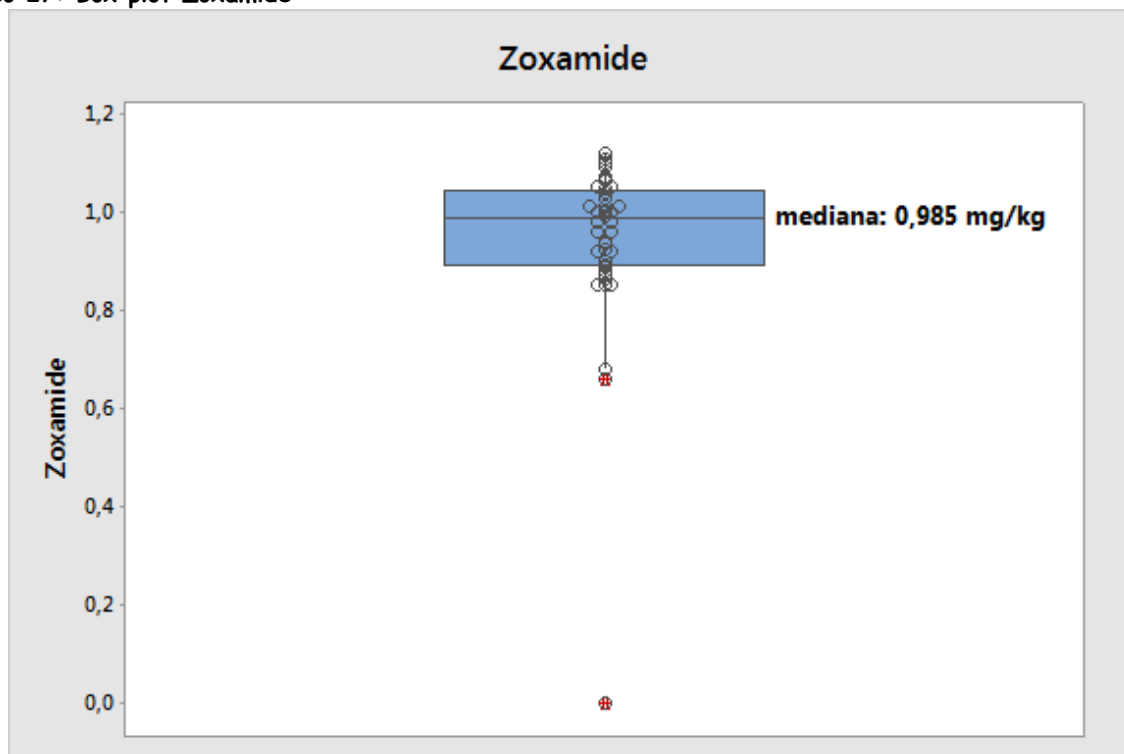
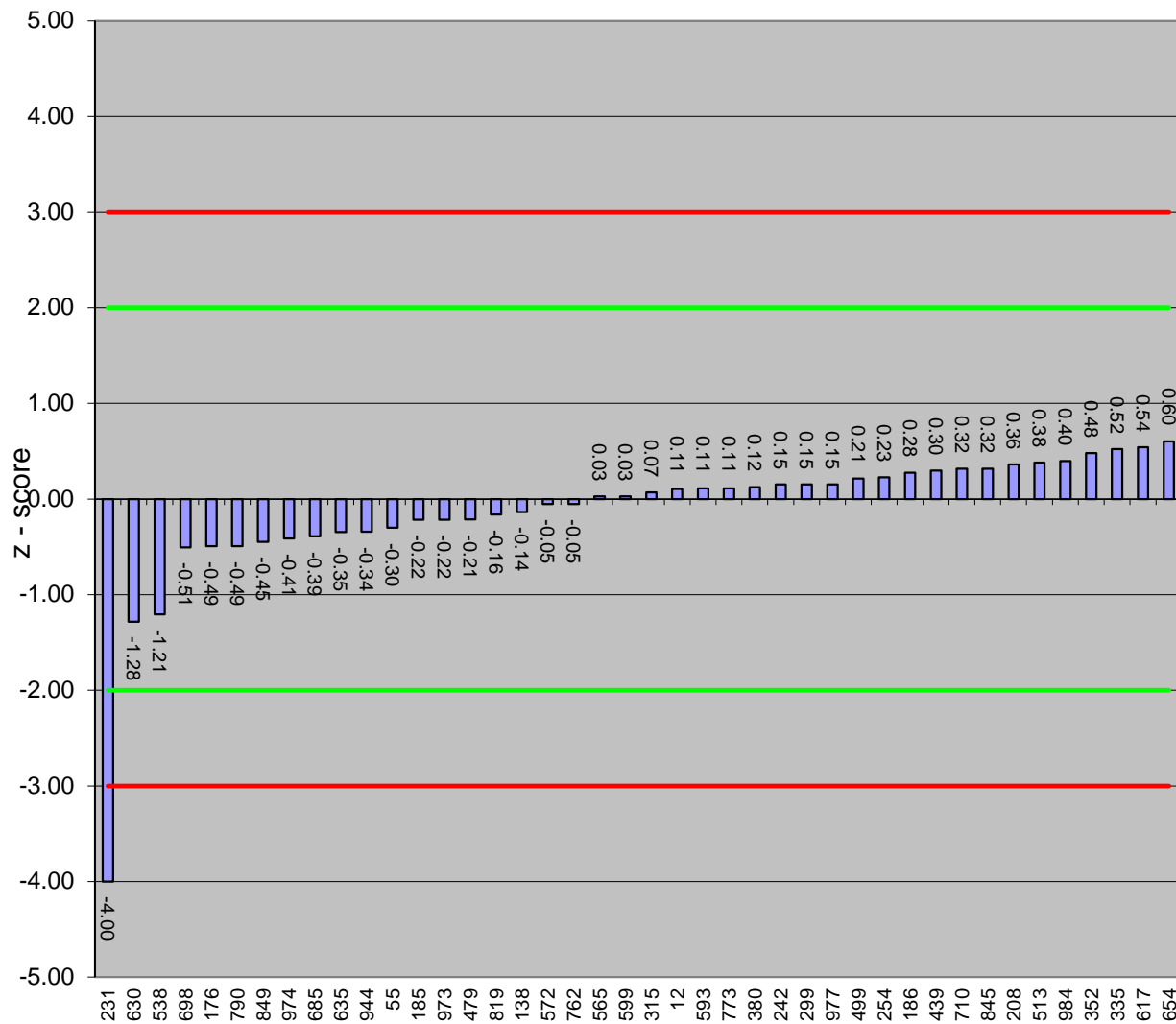


Grafico 28: Zoxamide -z-score



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 22: rappresentazione risultati attraverso z-score, consente una valutazione per sostanza attiva.
- Tabella 23: riassunto giudizi, consente una valutazione complessiva sull'intero test,
- Tabella 24:AZ2 tiene in considerazione il numero dei parametri "m" somma delle sostanze attive addizionate e rilevate nel test e il numero di sostanze attive rilevate ma non addizionate, vedi paragrafo 16 Errori Quali-Quantitativi.

Tabella 22: 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° | % |
| Acetamiprid | 42 | 40 | 95 | 0 | 0 | 2 | 5 |
| Carbendazim | 36 | 34 | 94 | 0 | 0 | 2 | 6 |
| EPN | 32 | 31 | 97 | 0 | 0 | 1 | 3 |
| Fenpropidin | 37 | 35 | 95 | 1 | 3 | 1 | 3 |
| Ometoato | 37 | 36 | 97 | 0 | 0 | 1 | 3 |
| Paclobutrazolo | 40 | 39 | 98 | 0 | 0 | 1 | 3 |
| Teflubenzuron | 35 | 34 | 97 | 0 | 0 | 1 | 3 |
| Zoxamide | 42 | 41 | 98 | 0 | 0 | 1 | 2 |

Tabella 23: riassunto giudizi

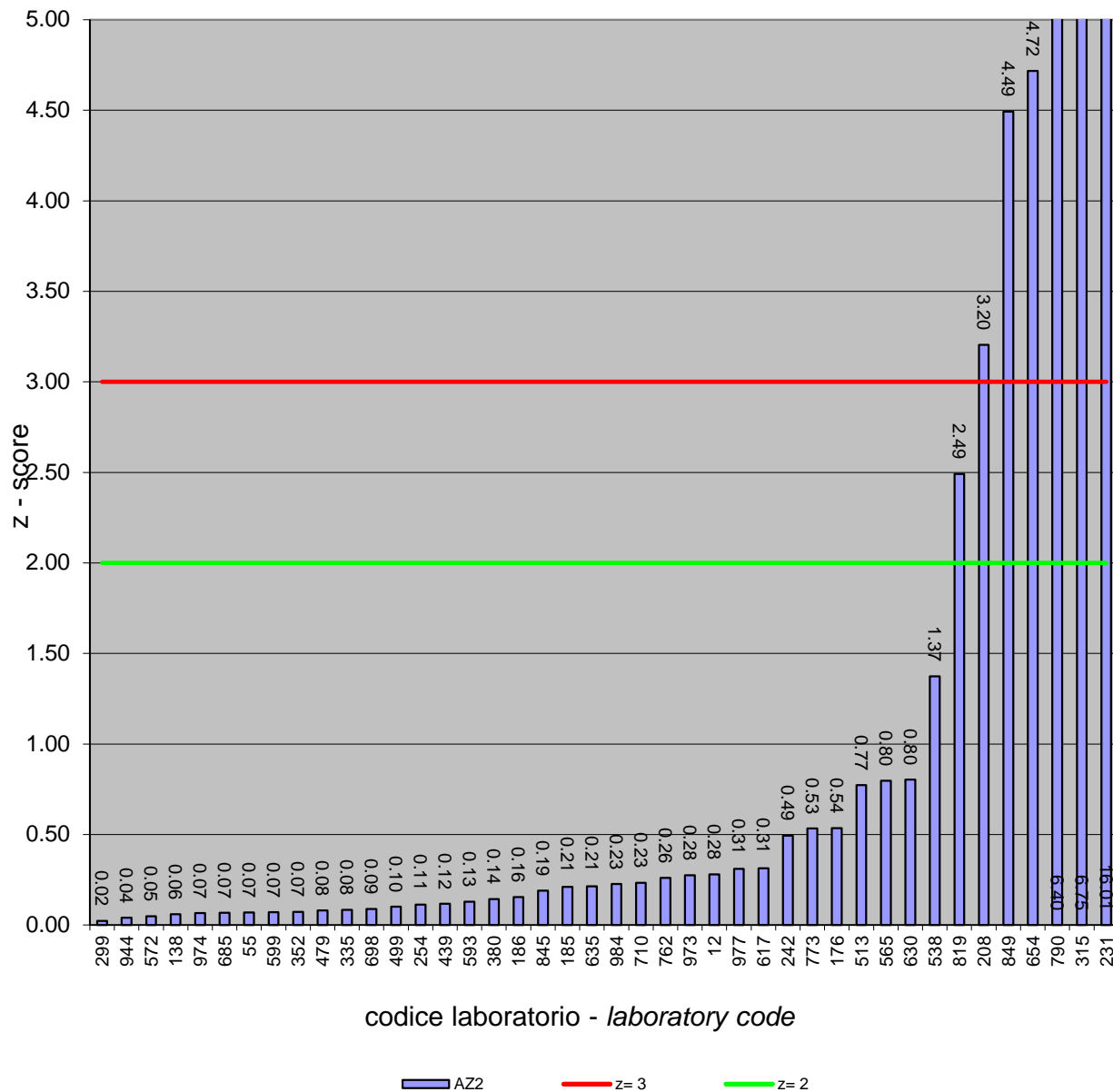
| <i>Riassunto dei giudizi</i> | <i>AZ²</i> | |
|------------------------------|-----------------------|-------|
| | n° lab | % lab |
| Soddisfacente | 35 | 83.3 |
| Discutibile | 1 | 2.4 |
| Non soddisfacente | 6 | 14.3 |
| <i>Totale laboratori</i> | 42 | 100.0 |

Tabella 24:AZ²

| Codice Laboratorio | Acetamidrid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide | AZ ² | m | Valutazione rispetto AZ ² |
|--------------------|-------------|-------------|-------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|-----------------|---|--------------------------------------|
| 12 | 0.56 | 0.64 | | 0.02 | 1.05 | -0.24 | -0.23 | 0.11 | 0.28 | 7 | Soddisf |
| 55 | 0.10 | -0.25 | 0.23 | -0.12 | -0.39 | -0.34 | -0.23 | -0.30 | 0.07 | 8 | Soddisf |
| 138 | 0.07 | 0.01 | | | -0.52 | 0.06 | | -0.14 | 0.06 | 5 | Soddisf |
| 176 | -0.35 | -0.86 | -1.04 | -1.04 | 0.72 | -0.63 | -0.29 | -0.49 | 0.54 | 8 | Soddisf |
| 185 | -0.55 | -0.32 | -0.30 | -0.61 | -0.66 | -0.54 | -0.23 | -0.22 | 0.21 | 8 | Soddisf |
| 186 | 0.58 | 0.29 | 0.23 | 0.27 | 0.55 | 0.55 | -0.06 | 0.28 | 0.16 | 8 | Soddisf |
| 208 | -0.79 | 1.55 | 0.23 | -0.02 | -0.58 | 0.06 | 0.53 | 0.36 | 3.20 | 9 | Non Soddisf |
| 231 | -4.00 | -4.00 | | | | | | -4.00 | 16.01 | 3 | Non Soddisf |
| 242 | 0.50 | 0.54 | 0.98 | 0.36 | 0.68 | 0.95 | 0.97 | 0.15 | 0.49 | 8 | Soddisf |
| 254 | -0.46 | -0.07 | 0.02 | 0.56 | -0.14 | -0.04 | -0.55 | 0.23 | 0.11 | 8 | Soddisf |
| 299 | 0.15 | | | | | | | 0.15 | 0.02 | 2 | Soddisf |
| 315 | -0.75 | | | 0.70 | -1.86 | -0.83 | 5.94 | 0.07 | 6.75 | 6 | Non Soddisf |
| 335 | 0.10 | -0.17 | -0.40 | -0.12 | 0.01 | 0.36 | -0.23 | 0.52 | 0.08 | 8 | Soddisf |
| 352 | 0.32 | -0.28 | 0.20 | -0.27 | 0.09 | -0.24 | 0.04 | 0.48 | 0.07 | 8 | Soddisf |
| 380 | 0.23 | -0.18 | 0.77 | -0.17 | -0.38 | 0.16 | 0.51 | 0.12 | 0.14 | 8 | Soddisf |
| 439 | 0.38 | 0.12 | 0.23 | 0.56 | 0.47 | 0.26 | 0.20 | 0.30 | 0.12 | 8 | Soddisf |
| 479 | 0.15 | 0.05 | 0.45 | 0.07 | -0.56 | -0.14 | -0.15 | -0.21 | 0.08 | 8 | Soddisf |
| 499 | 0.24 | 0.66 | 0.23 | 0.27 | 0.18 | 0.26 | 0.22 | 0.21 | 0.10 | 8 | Soddisf |
| 513 | 0.60 | 0.08 | -0.83 | 2.02 | 0.16 | 0.16 | 0.35 | 0.38 | 0.77 | 7 | Soddisf |
| 538 | -1.00 | -1.50 | | -1.09 | -0.52 | -1.43 | -1.19 | -1.21 | 1.37 | 7 | Soddisf |
| 565 | 0.10 | | | -1.82 | 0.81 | 0.65 | -0.61 | 0.03 | 0.80 | 6 | Soddisf |
| 572 | 0.15 | 0.15 | 0.13 | -0.07 | 0.01 | 0.55 | 0.11 | -0.05 | 0.05 | 8 | Soddisf |

| Codice Laboratorio | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide | AZ ² | m | Valutazione rispetto AZ ² |
|--------------------|-------------|-------------|-------|-------------|----------|----------------|---------------|----------|-----------------|---|--------------------------------------|
| 593 | 0.48 | 0.61 | -0.09 | -0.17 | 0.23 | 0.36 | -0.45 | 0.11 | 0.13 | 8 | Soddisf |
| 599 | 0.20 | -0.32 | 0.23 | 0.12 | -0.26 | 0.46 | 0.28 | 0.03 | 0.07 | 8 | Soddisf |
| 617 | -0.21 | -0.11 | 1.09 | 0.66 | 0.32 | 0.46 | -0.50 | 0.54 | 0.31 | 8 | Soddisf |
| 630 | -0.89 | -0.94 | -0.94 | -0.36 | -0.83 | -0.83 | | -1.28 | 0.80 | 6 | Soddisf |
| 635 | -0.34 | 0.79 | 0.13 | -0.36 | -0.43 | -0.63 | 0.35 | -0.35 | 0.21 | 8 | Soddisf |
| 654 | 5.00 | 0.69 | | 0.85 | 1.08 | 0.75 | | 0.60 | 4.72 | 6 | Non Soddisf |
| 685 | -0.06 | -0.39 | -0.30 | -0.12 | 0.10 | -0.34 | 0.00 | -0.39 | 0.07 | 8 | Soddisf |
| 698 | 0.08 | -0.25 | -0.51 | -0.02 | -0.12 | -0.34 | 0.04 | -0.51 | 0.09 | 8 | Soddisf |
| 710 | 0.10 | -0.25 | 0.77 | 0.61 | 0.81 | 0.16 | -0.23 | 0.32 | 0.23 | 8 | Soddisf |
| 762 | -0.35 | | -0.83 | 0.36 | -0.93 | -0.04 | 0.15 | -0.05 | 0.26 | 7 | Soddisf |
| 773 | 0.40 | 0.07 | -0.19 | -1.14 | 0.81 | -1.43 | -0.23 | 0.11 | 0.53 | 8 | Soddisf |
| 790 | -0.29 | -0.59 | 0.23 | 5.00 | -0.64 | 5.00 | -0.16 | -0.49 | 6.40 | 8 | Non Soddisf |
| 819 | -0.78 | -3.05 | | | | -0.24 | | -0.16 | 2.49 | 4 | Discut |
| 845 | 0.65 | 0.34 | 0.02 | -0.12 | 0.68 | 0.46 | -0.44 | 0.32 | 0.19 | 8 | Soddisf |
| 849 | 0.34 | -0.03 | -4.02 | -1.48 | -4.00 | 0.26 | -1.09 | -0.45 | 4.49 | 8 | Non Soddisf |
| 944 | 0.05 | -0.32 | 0.02 | -0.02 | -0.12 | -0.24 | -0.16 | -0.34 | 0.04 | 8 | Soddisf |
| 973 | -0.25 | -0.17 | -0.83 | 0.12 | -0.66 | -0.54 | 0.80 | -0.22 | 0.28 | 8 | Soddisf |
| 974 | -0.16 | | | | | 0.06 | | -0.41 | 0.07 | 3 | Soddisf |
| 977 | -0.53 | 0.19 | -0.40 | -0.12 | -0.23 | -0.14 | 1.38 | 0.15 | 0.31 | 8 | Soddisf |
| 984 | 0.55 | -0.03 | -0.09 | 0.32 | 0.49 | 0.85 | 0.52 | 0.40 | 0.23 | 8 | Soddisf |

Grafico 29: 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 | z-score |
|--------------------|-----------------|----------------|----------------|---------|
| 208 | Dimetoato | 0.275 mg/kg | 0.01 mg/kg | 5 |

17. Confronto con altri test

La matrice "vino" è stata impiegata in test precedenti.

| codice test | matrice | lab. partecipanti | Lab con SSZ e AZ ² soddisf. | |
|-------------|---------|-------------------|--|----|
| | | n° | | |
| 3S20 | vino | 50 | 45 | 90 |
| 3S21 | vino | 43 | 38 | 88 |
| 3S22 | vino | 41 | 37 | 90 |
| 1S23 | vino | 43 | 37 | 86 |
| 1S24 | Vino | 42 | 35 | 83 |

Si riscontrano sostanze attive uguali a quelle impiegate nella prima sessione del 2024 nei seguenti test:

Tabella 25: confronto parametri comuni

| Codice Test | Matrice | Parametri | | | | | | | |
|-------------|----------|-------------|-------------|-----|-------------|----------|----------------|---------------|---------------|
| 1997-1TF | mele | | | | | | | | Teflubenzuron |
| 1998-3TF | pere | | | | | Ometoato | | | |
| 2004-2S04 | pere | | | | Fenpropidin | | | | |
| 2S07 | pesche | Acetamiprid | | | | | | | |
| 1S08 | pere | Acetamiprid | | | | | | | |
| 2S11 | pesche | | | | | | | | Teflubenzuron |
| 2S12 | pesche | | | | | Ometoato | | | |
| 1S15 | kiwi | | Carbendazim | EPN | | | | | |
| 2S15 | kiwi | Acetamiprid | | | | | | | |
| 3S17 | cocomeri | | | | Fenpropidin | | | | |
| 1S19 | zucche | | | | | | | | Zoxamide |
| 2S20 | kiwi | | | | | | Paclobutrazolo | | |
| 1S21 | spinaci | Acetamiprid | | | | | | | |
| 1S24 | vino | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |

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 26: riassunto percentuali risultati soddisfacenti conseguiti nei vari test esaminati

| Codice Test | Parametri | | | | | | | |
|-------------|-------------|-------------|-----|-------------|----------|----------------|---------------|----------|
| | Acetamiprid | Carbendazim | EPN | Fenpropidin | Ometoato | Paclobutrazolo | Teflubenzuron | Zoxamide |
| 1997-1TF | | | | | | | 92 | |
| 1998-3TF | | | | | 72 | | | |
| 2004-2S04 | | | | 80 | | | | |
| 2S07 | 84 | | | | | | | |
| 1S08 | 93 | | | | | | | |
| 2S11 | | | | | | | 95 | |
| 2S12 | | | | | 89 | | | |
| 1S15 | | 93 | 97 | | | | | |
| 2S15 | 98 | | | | | | | |
| 3S17 | | | | 96 | | | | |
| 1S19 | | | | | | | | 100 |
| 2S20 | | | | | | 92 | | |
| 1S21 | 98 | | | | | | | |
| 1S24 | 95 | 94 | 97 | 95 | 97 | 98 | 97 | 98 |

Tabella 27: dettaglio risultati SSZ e AZ²

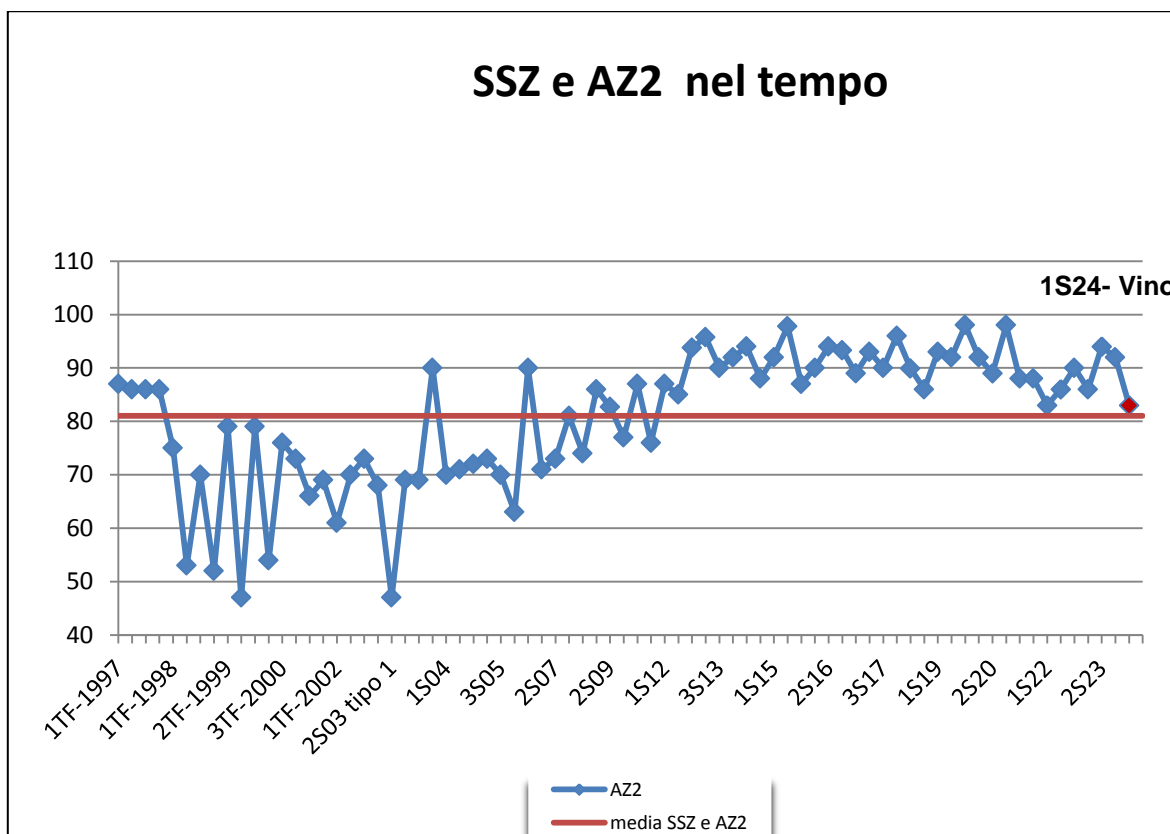
| Codice Test | Matrice | Lab Partecipanti | Lab con SSZ o AZ ² soddisfacente | |
|-------------|------------------------|------------------|---|----|
| | | n° | n° | % |
| 1TF-1997 | mela | 15 | 13 | 87 |
| 2TF-1997 | fragola | 21 | 18 | 86 |
| 3TF-1997 | pesca | 21 | 18 | 86 |
| 4TF-1997 | arancia | 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 |
| 1S24 | Vino | 42 | 35 | 83 |

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. tolilfluanide
- (vii) : con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. buprofezin
- (viii) : con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. etofenprox
- (ix) : con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. diazinone
- (x) : con l'esclusione del parametro cipermetrina
- (xi) : con l'esclusione del parametro clofentezina
- (xii) : con l'esclusione dei laboratori con z-score superiore a 2 per la s.a. fenitroton
- (xiii) : con l'esclusione dei parametri fenamifos e tolilfluanide
- (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 30: risultati nel tempo SSZ e AZ²



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

$$SSZ = \sum z^2$$

dove:

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

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

18. Statistica

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

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

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

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

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

- **Verifica omogeneità e stabilità**

Il controllo dell'omogeneità e della stabilità dei campioni viene attuato in accordo alle indicazioni della norma ISO 13528:2022: "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.

- **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 $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.
- Giorno 3 = dead line: ultimo giorno utile per la consegna dei risultati da parte dei partecipanti; aliquota mantenuta a temperatura di congelamento $-20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

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 ovi, 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 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 FoodChemistry", 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 $u(x_{pt})$:

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

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
- $u_{(x_{pt})}$: 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 |

- **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 ($m_{arpae, mLab}$): Mediana dei dati ottenuti dall'organizzatore o dai partecipanti, per ciascuna sostanza attiva. Serie di n dati ordinati x_1, x_2, \dots, x_n , il valore centrale, cioè il valore che occupa il posto $\frac{n+1}{2}$ 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 ($M_{robusta} - it$)

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

Tabella 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 logonormali, la statistica di prova A² viene calcolata da

Definizione operativa della statistica test di Anderson-Darling:

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

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

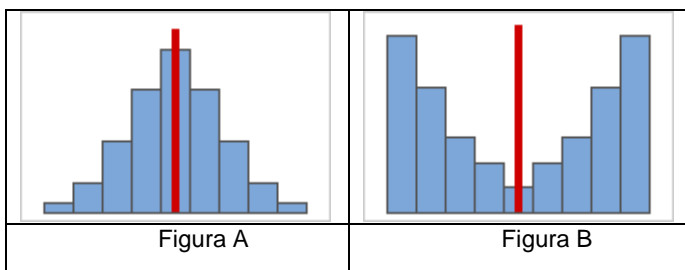
dove:

- n: rappresenta la dimensione del campione;
- F(x): rappresenta una funzione di ripartizione che restituisce la probabilità cumulativa associata alla funzione.
- i: rappresenta l'iesimo campione

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

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

Skewness: L'asimmetria è la misura in cui i dati non sono simmetrici. Se il valore di skewness è 0, positivo o negativo rivela informazioni sulla forma dei dati.



Fonte: MINITAB 17 (016/FE)

Distribuzioni simmetriche

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

Kurtosis: è una misura dell'allontanamento dalla normalità distributiva, rispetto alla quale si può verificare un maggiore appiattimento, distribuzione platicurtica, o un maggiore allungamento, distribuzione leptocurtica.

Il valore dell'indice che corrisponde alla distribuzione gaussiana è "0": un valore minore di 0 indica distribuzione platicurtica, mentre un valore maggiore di 0 indica distribuzione leptocurtica.

La Kurtosis indica come il picco e le code di una distribuzione differiscono dalla distribuzione normale.

La Kurtosis può aiutare a capire inizialmente le caratteristiche generali sulla distribuzione dei dati.

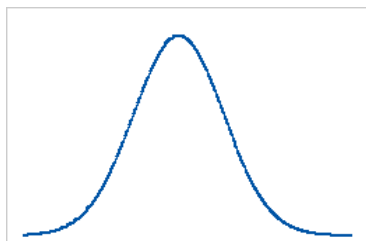


figura A

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

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

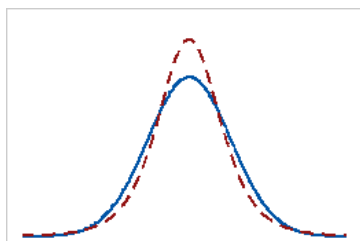


figura B

Kurtosis positiva (figura B)

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

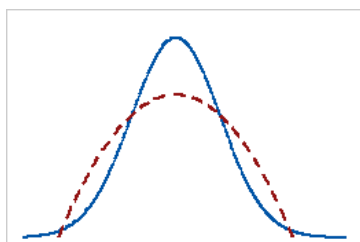


figura C

Kurtosis negativa (figura C)

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

19. Appelli o Reclami

In accordo con il SGQ di Arpae, i partecipanti ai PT hanno la possibilità di presentare appelli o reclami all'ente organizzatore 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

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 |
| Fenitroton |
| 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 |
| Metossifenzide |
| 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 |
| Tiaclopid |
| 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*).

fine rapporto
