

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 1 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

INDICE

1. SCOPO	Pag. 2
2. CAMPO DI APPLICAZIONE	Pag. 2
3. DEFINIZIONI	Pag. 2
4. PRINCIPI DEL METODO	Pag. 3
5. RIFERIMENTI NORMATIVI	Pag. 4
6. REATTIVI, STRUMENTAZIONE, ATTREZZATURE ...	Pag. 4
7. CONDIZIONI AMBIENTALI	Pag. 5
8. REQUISITI PRELIMINARI	Pag. 6
9. MODALITÀ OPERATIVE	Pag. 6
10. RISULTATI E CALCOLI	Pag. 10
11. RAPPORTO DI PROVA	Pag. 11
12. ELENCO DOCUMENTI CORRELATI	Pag. 11

LISTA DI DISTRIBUZIONE

Copia n° 1: Chimico Dirigente (Gemma Molinari)

		Funzione e Nome	Firma
REDATTO		DC Dott.ssa Gemma Molinari	
EMESSO		RAQ del DPM Gotti Enrico	
VERIFICATO		RS Dott.ssa Gemma Molinari	
APPROVATO		RLSP Dott. Giuseppe Crichigno	
Rev.	Data	MOTIVO	
0	23/05/2006	Prima emissione	
1	07/02/2007	Revisione generale	
2	17/01/2008	Revisione generale	
3	17/12/2008	Revisione generale	

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 2 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

1. SCOPO

Scopo del presente documento è di indicare il procedimento analitico per la determinazione nei prodotti ortofrutticoli di residui di antiparassitari organofosforati, organoclorurati, organoazotati e carbammati. I Principi Attivi ricercati sono elencati nel modello MLSP53 Elenco Principi Attivi.

2. CAMPO DI APPLICAZIONE

Il metodo si applica ai prodotti ortofrutticoli riportati in Tabella 1, nella quale le matrici sono state distinte sulla base di proprietà omogenee, tenendo conto del contenuto di acqua, clorofilla e/o caroteni. Sono state individuate due classi e, per ciascuna di esse, sono state individuate una matrice rappresentative.

Tabella 1: SUDDIVISIONE DELLE MATRICI ORTOFRUTTICOLE		
CARATTERISTICHE	MATRICE RAPPRESENTATIVA	PRODOTTI ORTOFRUTTICOLI
CLASSE A : Alto contenuto di acqua, basso contenuto di clorofilla e/o caroteni	mele	albicocche, banane, kiwi, mele, nespole, patate, pere, pesche, prugne, uva
CLASSE B: Alto contenuto di acqua, clorofilla e/o caroteni	lattuga	Broccoli, carote, cavoli, ciliegie, fagiolini, fragole, lattughe, peperoni, pomodori, sedani, spinaci, zucchine

Il Campo di Misura, intervallo di concentrazione nel quale il metodo è applicabile, è compreso tra 0,01 mg/kg e 0,1 mg/kg sul campione .

3. DEFINIZIONI

Per le definizioni riguardanti la terminologia statistica non compresi in questo paragrafo si rimanda alla IOLSP14 Validazione Metodo di Prova Chimico .

Gascromatografia (GC): tecnica analitica qualitativa e/o quantitativa che consente la separazione di miscele anche complesse di sostanze che possono essere portate allo stato di vapore senza che si decompongano o che possono essere trasformate in specie volatili.

Metodo di prova: metodo nel quale il valore del misurando viene ottenuto da una misura indiretta delle proprietà del misurando.

Metodo Multiresiduo: metodo analitico che consente di determinare con un'unica procedura analitica diversi principi attivi.

P.A.: principio attivo (vedi Fitofarmaci)

Fitofarmaci: principi attivi che entrano nella formulazione degli antiparassitari. Si differenziano in:

- **erbicidi** quando l'azione del principio attivo si esplica contro le malerbe;

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 3 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

- **fungicidi** quando l'azione del principio attivo si esplica contro funghi e marciumi;
- **insetticidi** quando l'azione del principio attivo si esplica contro insetti;
- **acaricidi** quando l'azione del principio attivo si esplica contro acari;
- **battericidi** quando l'azione del principio attivo si esplica contro batteri.

Da questa differenziazione discende anche un aspetto legato alla loro classificazione (vedi anche **Antiparassitari**).

Antiparassitari: agenti chimici impiegati per contrastare le forme di vita dannose per le colture agricole e/o capaci di trasmettere malattie all'uomo ed agli animali domestici e/o dannosi per l'ambiente. Vedi anche FITOFARMACI.

Partita da campionare. Quantità identificabile di prodotti aventi caratteristiche che si presumono uniformi.

Campione elementare. Quantità prelevata da un singolo punto della partita.

Campione globale. Insieme dei campioni elementari prelevati da una stessa partita.

Campione finale. Campione globale, o parte rappresentativa del campione globale, ottenuta mediante riduzione di quest'ultimo.

Campione di laboratorio. Campione destinato al laboratorio, costituito da una aliquota rappresentativa del campione finale.

Campione di analisi. Parte del campione di laboratorio destinata all'analisi.

Aliquota da saggio o campione. Porzione rappresentativa del campione di analisi.

Nel presente metodo verrà indicata semplicemente come Campione

Principio attivo/i (P.A.). Sostanza contenuta nei formulati dei prodotti fitosanitari

ECD Rivelatore a cattura di elettroni.

NPD Rivelatore di Azoto e Fosforo.

MS Spettrometro di Massa

ASE Estrattore Accelerato con Solvente

GPC Cromatografia a Permeazione di Gel

uma unità di massa atomica

STANDARD INTERNO ovvero standard di processo

LMR Limite Massimo Residuo

4. PRINCIPI DEL METODO

Il metodo si basa su un'estrazione con etilacetato effettuata sulla matrice vegetale miscelata con un solido inerte, terre diatomee, ad elevato sviluppo superficiale. Il solido inerte realizza la disidratazione della matrice vegetale e ne assicura la distribuzione su un'elevata superficie, garantendo così un'ampia interfaccia di scambio con la fase organica estraente. Per l'estrazione si utilizza l'Estrattore Accelerato con Solvente. L'estratto organico concentrato è purificato mediante GPC, per eliminare parte dei coestratti interferenti

Il metodo deriva da quello pubblicato dall'Istituto Superiore di Sanità al quale sono state apportate alcune modifiche.

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 4 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

4.1 Tecnica di prova

La determinazione analitica dei principi attivi viene eseguita in gascromatografia con rivelatori selettivi NPD , ECD

La conferma della presenza dei singoli principi attivi si effettua ricorrendo alla gascromatografia-spettrometria di massa.

5. RIFERIMENTI NORMATIVI

- Normativa vigente

6. REATTIVI, STRUMENTAZIONE E ATTREZZATURE

6.1 Reattivi e vetreria

- Solventi: acetone, cicloesano, etilacetato, isottano puri per analisi di residui antiparassitari
- Sodio Solfato anidro
- Hydromatrix Dionex o equivalente
- Miscela eluente di solventi per GPC: Cicloesano+ etilacetato (1+1,v+v)
- Fase fissa colonna GPC: Resina Bio Beads SX-3, 200-300 mesh
- Miscela standard per GPC Calibration Mix 1 (Dr Ehernstorfer o equivalente)
- Standards certificati in polvere dei diversi Principi Attivi
- Standards concentrati, soluzioni primarie, di ciascun P.A. in acetone , pesati su bilancia analitica in modo da avere la concentrazione richiesta (*MLSP 39 Scheda soluzione preparazione Madre Standards*)
- Miscele di standards concentrati (soluzioni secondarie diluite) in isottano (*IOLSP 25 Preparazione soluzioni standards per metodo Multiresiduo*)
- Miscele di standards diluiti per il controllo di un punto della retta taratura in isottano (*MLSP 42 Preparazione soluzioni standard*)
- Soluzione per il controllo delle performance strumentali (*MLSP 56 Controllo miscela test*)
- Polveri certificate dei tre standards interni o di processo: Etion per P.A. alogenati rivelabili in ECD, Azobenzene e Trifenilfosfato per P.A. azotofosforati rivelabili in NPD (*MLSP 39*)
- Soluzioni diluite in isottano degli standard interni o di processo: Std ETION in isottano da 1 mg/l Std AZOBENZENE e TRIFENILFOSFATO da 10 mg/l in isottano
- Colonna per GPC: Colonna in vetro L 35 cm x 1 cm i.d.
- Bicchieri di vetro da 100 ml o 200 ml
- Cilindri per estrazione ASE e relativi filtri
- Bottiglie di vetro per raccolta solvente di estrazione ASE con ghiere
- Bottiglie di vetro con tappo a vite
- Matracci di classe A di varia misura
- Beute in vetro pirex con collo smeriglio da 25 ml per raccolta eluato GPC o vetreria equivalente

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 5 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

- Pipette graduate di varia misura
- Micropipette a volume variabile e fisso
- Vials con ghiere o tappi a vite
- Vetreria e attrezzatura varia da laboratorio (imbuti, bacchette, cucchiari, ecc.)
- Microsiringhe per autocampionatore da 10 µl
- Microsiringhe per iniezione manuale da 10 µl
- Filtri per siringa in nylon da 0.45 µm
- Siringa in vetro da 10 ml per GPC
- Filtri di carta a filtrazione rapida

6.2 Strumentazione

- Bilancia tecnica a 2 cifre decimali
- Bilancia analitica a 4 cifre decimali
- Estrattore Accelerato con Solvente (ASE)
- Gascromatografo, iniettore split-splitless, con precolonna inerte (~1 m) e colonna HP 5 (o equivalente) L 30 m, i.d. 0,32 mm,
film 0.25 µm, splittata in uscita su due rivelatori: ECD e NPD
Computer con sistema di acquisizione
- Gascromatografo accoppiato a MS, con iniettore split-splitless e rivelatore a quadrupolo, equipaggiato con colonna HP 5 (o equivalente) - MS L 30 m, i.d. 0,25 mm, film 0,25 µm
Computer con sistema di acquisizione
- Sistema GPC composto da:
Pompa
Colonna in vetro L 35 cm x 1cm i.d. impaccata con resina Bio Beads SX-3, 200-300 mesh
Sistema di iniezione con Loop da 1 ml
Valvola per lo scarto e la raccolta dell'eluato
Rivelatore UV
Computer con sistema di acquisizione

6.3 Attrezzature

Bagno ad ultrasuoni
Trituratore a lame rotanti con recipiente in acciaio
Celle di estrazione per ASE da 66 ml
Evaporatore rotante sottovuoto

7. CONDIZIONI AMBIENTALI E' indispensabile operare in condizioni di sicurezza.

Utilizzare la cappa aspirante per pesare le terre diatomacee (Hydromatrix) e per l'utilizzo dei solventi; l'operatore deve indossare adeguati DPI (guanti e, se necessario, mascherina).

Gli scarti delle analisi sono stoccati come riportato in *IOLSP20 Gestione rifiuti*.

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 6 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

8. REQUISITI PRELIMINARI

L'analisi sul campione deve essere effettuata entro i tempi stabiliti dalla *IOLSP10* "Conservazione campioni" a cui si rimanda.

Occorre stoccare e controllare i campioni secondo le modalità indicate dalla *POLS04* "Accettazione, gestione e conservazione dei campioni e gestione dei rapporti di prova" e dalla Normativa vigente riguardante il campionamento ai fini del controllo ufficiale per i residui di antiparassitari .

9. MODALITÀ OPERATIVE

9.1 Preparazione del campione

Preparare il *Foglio di lavoro MLSP31*. Qualsiasi Non Conformità viene riportata sul foglio di lavoro e si apre una non conformità con *MLSP 29 Rilevazione Trattamento Non Conformità* .

Per ottenere il **campione di analisi**, il campione di laboratorio va preparato secondo le indicazioni riportate dalla Normativa Vigente .

Il campione di analisi viene tagliato in piccole parti e omogeneizzato mediante il Trituratore.

Nel caso di masse o grandi volumi (campioni di laboratorio di peso superiore a 2500 g) si ricorre a tecniche di quartatura .

9.2 Aliquota di saggio ed Estrazione

Dal campione di analisi preparato come in 9.1 viene prelevata un'aliquota (che costituirà l'*aliquota di saggio o campione*) nel modo seguente.

Pesare in becker tramite bilancia tecnica circa 10 g;

aggiungere gli standard interni o di processo: 0,1 ml di Trifenilfosfato da 10 mg/l in isottano,

0,1 ml di Azobenzene da 10 mg/l in isottano, 0,1 ml di Etion da 1 mg/l in isottano.

Aggiungere Hydromatrix (quantità variabile da 10g a 15g) e mescolare fino a completa scomparsa di grumi.

Trasferire il *campione* nella cella di estrazione, inserire la cella nel carosello dell'estrattore e dare inizio al ciclo di estrazione secondo i seguenti parametri:

Solvente: Etilacetato

Temperatura di estrazione: 50 ° C

Cicli: 2

Pressione: 1500 psi

(Le indicazioni per l'uso pratico dell'ASE sono custodite accanto allo strumento)

Dopo l'estrazione, se necessario ,disidratare, , aggiungendo sodio solfato anidro (2–3 g). Filtrare su filtro di carta in beuta da 250 ml con collo smeriglio 29/32 o vetreria equivalente ed evaporare riducendo a piccolo volume, avendo l'accortezza di non far andare a secco.

Se necessario completare l'evaporazione sotto azoto.

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 7 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

9.3 Purificazione in GPC

Riprendere il *campione* con 5 ml di miscela eluente: Cicloesano + etilacetato(1+1, V+V)

Filtrare su filtri di nylon da siringa e iniettare in loop da 1 ml.

Principali condizioni operative (*le indicazioni per l'uso pratico della GPC e per il controllo dei volumi e dei tempi di eluizione sono custodite accanto allo strumento*):

Flusso: 1 ml/min

Pressione massima: 20 psi (pressione visualizzata sul manometro esterno)

Durata ciclo: 50 min

Completato il ciclo di purificazione, l'eluato - raccolto in beutina da 25 ml con collo smeriglio 14/23 o vetreria equivalente - viene portato a piccolo volume con l'evaporatore rotante (se necessario a secco sotto azoto), ripreso in 0,2 ml di isotano e trasferito in vial da 2 ml con tappo.

Il *campione* viene, complessivamente, concentrato 10 volte.

9.4 Analisi Strumentale

Determinazione strumentale : viene effettuata impiegando un sistema gascromatografico con rivelatori selettivi ECD e NPD.

Per la determinazione qualitativa e quantitativa si utilizzano soluzioni di standard ad un livello di concentrazione contenuti in diverse miscele riportati in *MLSP49 Elenco Miscela*

Determinazione qualitativa: l'identificazione degli analiti viene fatta per confronto tra i tempi di ritenzione relativi e quelli degli standards presenti nelle miscele (soluzioni di riferimento).

Determinazione quantitativa: la quantificazione degli analiti avviene misurando le aree dei picchi cromatografici, tramite il sistema di acquisizione (software).

Per ogni analita identificato viene calcolato il valore dell'area relativa che è uguale al rapporto tra il valore dell'area del picco dell'analita di interesse ed il valore dell'area dello standard interno corretto per il fattore di risposta.

Conferma qualitativa: la conferma viene effettuata con sistema gascromatografico accoppiato a MS (Spettrometro di Massa quadrupolare).

9.5 Condizioni Operative GC/ECD/ NPD

La determinazione viene eseguita con gascromatografo con autocampionatore dotato di microsiringa da 10 μ l, operando nelle seguenti condizioni analitiche (metodo memorizzato: PESTIRTL):

Isoterma iniziale 70°C per 2 min,

25°C/min fino a 150°C,

3°C/min fino a 200°C

8°C/min da 200°C a 280°C, per 10 min

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 8 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

Pressione ~ 14,3 psi (La pressione è fissata in base al Tempo di Ritenzione del Clorpirifos Metile)
 Quantità iniettata: 3µl
 Sistema di iniezione: splitless
 Temperatura Iniettore: 250° C
 Temp. rivelatori ECD: 300° C
 Temp. rivelatore NPD: 300° C

Le copie del metodo PESTIRTL sono memorizzate su CD, custodito nell'armadio 39.

9.6 Controllo di un punto della Retta Taratura su GC/ECD/NPD

Le Miscele di Controllo di un punto della Retta di Taratura sono miscele di P.A. a concentrazione nota (un livello di concentrazione), in cui sono presenti anche gli standard di processo (*MLSP 49*)

Il programma (software) di acquisizione calcola il Fattore di Risposta per ogni Principio Attivo presente nelle miscele rispetto agli Standard di Processo utilizzati.

- Iniettare nel gascromatografo 3 µl di ogni miscela di standards
 - Acquisire i relativi cromatogrammi con il metodo PESTIRTL ed integrare con il FILE di integrazione associato ad ogni singola miscela.

9.7 Controllo del metodo

Il controllo di un punto della retta di taratura con le miscele di standards di P.A. riportati in *MLSP49* viene effettuata con cadenza settimanale ovvero ad ogni inizio di sessione di lavoro
 Si inietta la soluzione Controllo Miscela Test per il controllo della risposta strumentale (*MLSP56*), preparata secondo le indicazioni riportate in *MLSP 42*, all'inizio di ogni sessione di lavoro . Per controllare la risposta del Rivelatore NPD, nel caso in cui la concentrazione di un P.A. superi il LOQ e la presenza venga confermata in MSD, occorre, se il rivelatore è stato spento dopo la sessione analitica, iniettare in GC /NPD la soluzione relativa al campione già analizzato e successivamente la miscela contenente il relativo standard.

In questo modo , l'analisi del campione contenente un determinato P.A. e quella dello Standard relativo vengono condotte nelle stesse condizioni del rivelatore e si riduce l'eventuale errore dovuto alla instabilità della risposta sulla quantizzazione del P.A.

Per ulteriori dettagli relativi si rimanda alla *IOLSP15 Controllo metodo multiresiduo*

9.8 Analisi dei campioni

Iniettare nel gascromatografo 3 µl di campione ottenuto così come descritto alla fine del punto 9.3
 Acquisire il cromatogramma con il metodo PESTIRTL ed integrare con il FILE di integrazione associato ad ogni singola miscela .

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 9 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

Verificare la presenza di eventuali Principi Attivi tramite i tempi di ritenzione relativi, quindi quantizzare.

I files d'integrazione forniscono un risultato (R) in $\mu\text{g/Kg}$ (ppb), che va riportato in mg/Kg (ppm) nonchè corretto per il peso effettivo del campione analizzato.

Inoltre la concentrazione degli Standards di Processo presenti nelle Miscele dei P.A., utilizzata nei diversi file d'integrazione del software per i calcoli (*punto 9.6*), è 10 volte maggiore della concentrazione degli Standards di Processo aggiunti nel campione, all'inizio del procedimento estrattivo (*punto 9.2*)

Di conseguenza, il software calcola, sul campione, una concentrazione più grande per ogni P.A. e pertanto il risultato finale deve essere corretto, ulteriormente, ovvero diviso per 10.

$$\text{Concentrazione P. A. (mg/ Kg)} = \frac{R \times 10}{\text{Peso campione} \times 1000 \times 10}$$

Per concentrazioni superiori all'intervallo di concentrazione individuato dal campo di misura, il campione viene diluito al fine di far rientrare la concentrazione del Principio Attivo nel campo di misura.

Il risultato non viene corretto per il recupero del metodo.

9.9 Determinazione con GC accoppiato a Spettrometro di Massa quadrupolare

Iniettare nel gascromatografo $1 \mu\text{l}$ di campione così come ottenuto e descritto alla fine del punto 9.3.

L'acquisizione dei cromatogrammi e degli spettri si effettua sul sistema GC-MS (Metodo memorizzato come TRIPEST), con autocampionatore dotato di microsiringa da $10 \mu\text{l}$, operando alle seguenti condizioni analitiche per il GC:

Isoterma iniziale 70°C per 2 min

$25^\circ\text{C}/\text{min}$ fino a 150°C ,

$3^\circ\text{C}/\text{min}$ fino a 200°C

$8^\circ\text{C}/\text{min}$ fino a 280°C , per 10 min

Pressione ~ 19.9 psi (La pressione è fissata in base al Tempo di Ritenzione del Clorpiriphos metile)

Quantità iniettata $1 \mu\text{l}$

Sistema di iniezione: splitless

T iniettore: 250°C

Spettrometro di massa:

Acquisizione in corrente ionica totale (SCAN) nell'intervallo 45-500 uma, con sorgente ad impatto di elettroni (E^+) applicando un potenziale di 70 eV .

Nella fase iniziale di acquisizione il sistema viene spento (solvent delay) per 4 min.

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 10 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

Taratura dello strumento: il sistema viene tarato ad ogni utilizzo effettuando il tune con perfluorotributilamina.

Verifica qualitativa dei principi attivi:

Sul cromatogramma acquisito in SCAN viene verificata la presenza contemporanea dei frammenti di massa caratteristici dei singoli analiti, lo strumento ricostruisce lo spettro nell'intervallo di tempo indicato e riconosce lo spettro per confronto con gli spettri presenti nelle Librerie disponibili (*Pest, Wiley, Nist*)

Copia del metodo TRIPEST è memorizzata su CD, custodito nell'armadio 39.

I report analitici sono memorizzati su CD annualmente e custoditi nell'armadio 39

10. RISULTATI E CALCOLI

Il risultato (*R*) viene espresso in mg / Kg , arrotondato ad una cifra significativa per valori inferiori a 0,1 mg/Kg , a due cifre significative per valori superiori a 0,1 mg/Kg , non viene corretto per il recupero, vedasi il seguente prospetto Espressione dei risultati :

Espressione dei risultati

Risultato Analitico	Cifre significative
mg/Kg	N
$x < 0,1$	1
$0,1 < x < 10$	2
$x \geq 10$	3

Il risultato con valore inferiore al limite di quantificazione viene riportato come inf. LOQ.

Il risultato è accompagnato dal valore dell'incertezza estesa quando supera il LMR o è uguale al LMR .

L'incertezza estesa è espressa in mg/Kg , arrotondata alle cifre significative di (*R*).

Nel seguente prospetto vengono presentati i diversi casi in cui la valutazione dell' incertezza influenza la gestione e la valutazione dei risultati analitici

Residuo= R mg/Kg =X	Incertezza ue	LMR	R-ue	R+ue	Giudizio
$X > LMR$	U 1	LMR	$X - U 1 \geq LMR$	$X + U 1 > LMR$	Irregolare
$X > LMR$	U 1	LMR	$X - U 1 < LMR$	$X + U 1 > LMR$	Regolare
$X < LMR$	U 1	LMR	$X - U 1 < LMR$	$X + U 1 > LMR$	Regolare
$X < LMR$	U 1	LMR	$X - U 1 < LMR$	$X + U 1 \geq LMR$	Regolare
$X = LMR$	U 1	LMR	$X - U 1 < LMR$	$X + U 1 > LMR$	Regolare

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 11 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			

L'incertezza viene calcolata secondo l'approccio di Horwitz, eventualmente con correzione di Thompson per concentrazioni inferiori a $120 \mu\text{g/Kg}$, tramite:

- La calcolatrice

Foglio di calcolo modulo 33 ARPA o Foglio di calcolo Exell disponibili entrambi su i PC a disposizione degli operatori.

Le indicazioni per calcolare l'incertezza sono riportate nella POLSP15 Calcolo dell'Incertezza di Misura.

11. RAPPORTO DI PROVA

Il rapporto di prova deve contenere:

- La norma di riferimento vigente e/o successive modifiche ed integrazioni
- Il numero del metodo di prova Mdp26
- Tutti i dettagli richiesti per la completa identificazione del campione come riportato nella istruzione operativa "Stesura e stampa del rapporto di prova"
- I risultati ottenuti e la forma nella quale sono espressi
- Incertezza di misura, se necessaria
- Nel campo "Note" tutti i particolari operativi che si ritiene debbano essere segnalati.
- Il giudizio, quando necessario

12. ELENCO DOCUMENTI CORRELATI

IOLSP10 Conservazione campioni

IOLSP20 Gestione rifiuti

IOLSP14 Validazione Metodo di Prova Chimico

IOLSP15 Controllo Metodo Multiresiduo

IOLSP25 Preparazione soluzioni standards Metodo Multiresiduo

MLSP29 Rilevazione Trattamento Non Conformità

MLSP31 Foglio di lavoro chimica

MLSP36 Rapporto di prova Pesticidi

MLSP39 Scheda preparazione Soluzione Madre Standards

MLSP42 Preparazione soluzioni standard

MLSP49 Elenco Miscele

MLSP 43 Modello Controllo Metodo

MLSP53 Elenco Principi Attivi

MLSP56 Controllo miscela test

MLSP58 Rapporto di validazione

POLSP03 Rapporti con i clienti

POLS04 Accettazione, gestione e conservazione dei campioni e gestione dei rapporti di prova

POLSP15 Calcolo dell'Incertezza di Misura.

Bibliografia: Istituto Superiore di Sanità - Rapporti ISTSAN 97/23: Metodi multi residuo per l'analisi di residui di antiparassitari in prodotti vegetali.

	DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE MEDICO	METODO DI PROVA	
		Codice: MDPLSP26	Revisione N° 3
	LABORATORIO DI SANITÀ PUBBLICA	Data emissione: 17 dicembre 2008	
Pagina 12 di 12			
METODO MULTIRESIDUO PER LA DETERMINAZIONE DI RESIDUI DI ANTIPARASSITARI IN MATRICI VEGETALI			