

3rd Laboratory Performance Assessment

QS Fachgesellschaft – Obst-Gemüse-Kartoffeln GmbH

in co-operation with

Lach & Bruns, Consultant Chemists

Report

Labcode: 55

Pesticide Residues in Vegetable Purée (Salad)

September 2007

laboratory code	Boscalid (assigned value 657 µg/kg) Spiked level: 750 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	not analysed			-5,8
42	717	90	10	0,5
43	570	85	10	-0,8
44	650	100	10	-0,1
45	73	70-110	30	-5,2
46	590	90	5	-0,6
47	641	82	10	-0,1
48	665	90	10	0,1
55	890	95	5	2,1
56	634	121		-0,2
58	720	101	10	0,6
59	660	94	20	0,0
60	752	100	10	0,9
61	710	89	10	0,5
62	500	ca. 100	10	-1,4
63	788	93,5	5	1,2
64	650		10	-0,1
65	not analysed			-5,8
66	670	88	10	0,1
67	729	89	20	0,6
68	549	70-110	5	-1,0
69	746	105	10	0,8
70	674	91	10	0,2
71	670	96	10	0,1
72	664	114	5	0,1
73	648,8	92,4	10	-0,1
74	792	>90	10	1,2
75	952	100	10	2,6
76	450	98,8	10	-1,8
77	979	90-110	10	2,9
78	495	115,2	15	-1,4
79	458,2	78	10	-1,8
80	464	75	10	-1,7

Table 1: Results and z-Scores for Boscalid in Vegetable Purée (Salad) Test Material B

laboratory code	Dicloran (assigned value 93 µg/kg) Spiked level: 100 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	89		10	-0,2
42	120	80	10	1,3
43	120	91	10	1,3
44	105	100	10	0,6
45	94	70-110	10	0,1
46	91	92	10	-0,1
47	96	85	50-100	0,2
48	125	90	10	1,6
55	86	95	5	-0,3
56	145	95		2,6
58	110	95	10	0,9
59	57	87	10	-1,7
60	108	100	10	0,8
61	120	105	10	1,3
62	95	ca. 100	10	0,1
63	95	93,9	10	0,1
64	92		10	0,0
65	not analysed			-4,6
66	94	93	10	0,1
67	96,5	117	5	0,2
68	77	70-110	5	-0,8
69	92	80	10	0,0
70	75	106	10	-0,9
71	69	94	10	-1,2
72	70	120	1	-1,1
73	69,8	110	10	-1,1
74	96	>90	10	0,2
75	108	100	10	0,8
76	85	88,5	10	-0,4
77	91	84	10	-0,1
78	65	99,7	15	-1,4
79	74,3	86	10	-0,9
80	87	95	10	-0,3

Table 2: Results and z-Scores for Dicloran in Vegetable Purée (Salad) Test Material B

laboratory code	Fludioxinil (assigned value 483 µg/kg) Spiked level: 600 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	77		10	-4,7
42	1298	96	10	9,4
43	490	88	10	0,1
44	610	100	10	1,5
45	521	70-110	10	0,4
46	430	96	10	-0,6
47	490	75	20	0,1
48	520	90	10	0,4
55	595	105	5	1,3
56	280	80	20	-2,4
58	420	93	10	-0,7
59	340	87	20	-1,7
60	540	100	10	0,7
61	690	93	10	2,4
62	670	ca. 100	10	2,2
63	422	91,5	5	-0,7
64	450		10	-0,4
65	410	90	50	-0,9
66	487	75	10	0,0
67	1108	115	5	7,2
68	425	70-110	5	-0,7
69	684	99	10	2,3
70	520	98	10	0,4
71	398	92	10	-1,0
72	322	106	40	-1,9
73	490,7	95,9		0,1
74	540	>90	10	0,7
75	661	100	10	2,1
76	466	95,9	10	-0,2
77	311	43	10	-2,0
78	321	105,8	15	-1,9
79	not detected		10	-5,8
80	375	90	10	-1,3

Table 3: Results and z-Scores for Fludioxinil in Vegetable Purée (Salad) Test Material B

laboratory code	Methomyl (assigned value 69 µg/kg) Spiked level: 75 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	72		10	0,2
42	71	87	10	0,1
43	70	96	10	0,1
44	40	81	10	-1,9
45	not analysed			-4,6
46	57	90	5	-0,8
47	80	90	10	0,7
48	76	90	10	0,5
55	97	101	5	1,9
56	not analysed			-4,6
58	74	98	10	0,3
59	62	88	20	-0,5
60	82	100	10	0,9
61	46	101	10	-1,5
62	68	ca. 100	10	-0,1
63	50	82,4	5	-1,2
64	80		10	0,7
65	55	85	1	-0,9
66	14,5	104	10	-3,6
67	65,3	112	10	-0,2
68	65	70-110	5	-0,3
69	76	99	10	0,5
70	90	85	10	1,4
71	46	89	10	-1,5
72	100	112	10	2,0
73	65,5	78,5	5	-0,2
74	81	>90	10	0,8
75	66	100	10	-0,2
76	not detected		10	-4,6
77	82	90-110	10	0,9
78	not detected		15	-4,6
79	92,3	88	10	1,5
80	50	88	5	-1,2

Table 4: Results and z-Scores for Methomyl in Vegetable Purée (Salad) Test Material B

laboratory code	Pendimethalin (assigned value 34 µg/kg) Spiked level: 40 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	45		10	1,6
42	40	90	10	0,9
43	40	93	10	0,9
44	23	100	10	-1,4
45	not detected		10	-4,6
46	36	93	10	0,3
47	37	80	20	0,5
48	43	90	10	1,3
55	23	95	5	-1,4
56	36	106		0,3
58	45	105	10	1,6
59	30	93	10	-0,5
60	35	100	10	0,2
61	49	97	10	2,1
62	30	ca. 100	10	-0,5
63	24	92,9	10	-1,3
64	32		10	-0,2
65	37	95	1	0,5
66	44,9	88	10	1,5
67	42,2	81	20	1,2
68	22	70-110	5	-1,6
69	not detected		10	-4,6
70	22	88	10	-1,6
71	35	97	10	0,2
72	39	110	2	0,7
73	25,8	105	10	-1,0
74	39	>90	10	0,7
75	49	100	10	2,1
76	not detected		10	-4,6
77	24	79	10	-1,3
78	21	98,5	15	-1,7
79	20,26	81	10	-1,8
80	12	83	10	-2,9

**Table 5: Results and z-Scores for Pendimethalin in Vegetable Purée (Salad)
Test Material B**

laboratory code	Pyrimethanil (assigned value 45 µg/kg) Spiked level: 50 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	46		10	0,1
42	73	98	10	2,8
43	40	105	10	-0,5
44	44	100	10	-0,1
45	47	70-110	10	0,2
46	48	95	10	0,3
47	45	90	10	0,0
48	46	90	10	0,1
55	37	105	5	-0,8
56	50	69		0,5
58	57	91	10	1,2
59	34	88	10	-1,1
60	49	100	10	0,4
61	50	112	10	0,5
62	57	ca. 100	10	1,2
63	35	84	10	-1,0
64	40		10	-0,5
65	36	90	1	-0,9
66	53	92	10	0,8
67	81,1	91	5	3,7
68	36	70-110	5	-0,9
69	28	100	10	-1,7
70	51	84	10	0,6
71	38	92	10	-0,7
72	52	106	15	0,7
73	42	86,3	10	-0,3
74	51	>90	10	0,6
75	54	100	10	0,9
76	40	99,5	10	-0,5
77	48	74	10	0,3
78	not detected		15	-4,6
79	26,4	71	10	-1,9
80	25	90	10	-2,0

**Table 6: Results and z-Scores for Pyrimethanil in Vegetable Purée (Salad)
Test Material B**

laboratory code	Thiamethoxam (assigned value 40 µg/kg) Spiked level: 40 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	z-score
41	35		10	-0,6
42	40	90	10	0,0
43	40	93	10	0,0
44	45	88	10	0,5
45	not detected		40	-4,6
46	34	90	5	-0,7
47	38	95	10	-0,3
48	39	90	10	-0,1
55	41	90	5	0,1
56	38	98	5	-0,3
58	120	99	10	9,0
59	67	96	20	3,0
60	44	100	10	0,4
61	34	88	10	-0,7
62	29	ca. 100	10	-1,3
63	36	94	10	-0,5
64	40		10	0,0
65	30	85	1	-1,2
66	45	102	10	0,5
67	36,6	61	10	-0,4
68	66	70-110	10	2,9
69	41	100	10	0,1
70	47	90	10	0,8
71	59	95	10	2,1
72	38	109	10	-0,3
73	36,3	96,3	10	-0,4
74	45	>90	10	0,5
75	not analysed			-4,6
76	36	89,5	10	-0,5
77	40	90-110	10	0,0
78	not detected		15	-4,6
79	75,3	72	10	4,0
80	18	83	5	-2,5

**Table 7: Results and z-Scores for Thiamethoxam in Vegetable Purée (Salad)
Test Material B**

laboratory code	Propamocarb Spiked Level: 2500 µg/kg			
	result (µg/kg)	recovery (%)	LoQ (µg/kg)	result within 70-110% of the spiked level
41	not detected		10	-
42	1988	95	10	v
43	2140	89	10	v
44	1100	89	10	-
45	2456	70-110	10	v
46	1930	90	5	v
47	2300	85	50	v
48	2400	90	10	v
55	1040	69	5	-
56	730	35	10	-
58	1870	103	10	v
59	700	83	20	-
60	2400	100	10	v
61	2000	106	10	v
62	2400	ca. 100	10	v
63	1876	97	5	v
64	1010		10	-
65	2400	85	1	v
66	2100	77	10	v
67	1972	75	20	v
68	1541	70-110	5	-
69	not detected		10	-
70	1102	109	10	-
71	682	93	10	-
72	1396	71	5	-
73	2414,1	86,0	20	v
74	3140	73	10	-
75	3291	100	10	-
76	816	81,9	10	-
77	23100	90-110	50	-
78	216	99,1	15	-
79	191,8	73	10	-
80	938	73	5	-

Table 8: Results for Propamocarb in Vegetable Purée (Salad) Test Material B

Assigned Values and Target Standard Deviations						
analyte	assigned value				target standard deviation	
	data points, n	robust mean, \bar{X} , $\mu\text{g/kg}$	robust standard deviation, σ	uncertainty, u	derived from	σ_p , $\mu\text{g/kg}$
Boscalid	31	657	112	20,12	Horwitz	112
Dicloran	32	93	17	3,01	Horwitz	20
Fludioxonil	32	483	134	23,69	Horwitz	86
Methomyl	29	69	16	2,97	Horwitz	15
Pendimethalin	30	34	10	1,83	Horwitz	7
<i>Propamocarb</i>	<i>31</i>	<i>1723</i>	<i>838</i>	<i>150,51</i>	Horwitz	<i>254</i>
Pyrimethanil	32	45	9	1,59	Horwitz	10
Thiamethoxam	30	40	6	1,10	Horwitz	9

italics indicate for information only

Table 9: Assigned Values and Target Standard Deviations

laboratory code	pesticide residue	result ($\mu\text{g/kg}$)	recovery (%)	LoQ ($\mu\text{g/kg}$)
41	2-Phenylphenole	39		10
42	Etridiazole	10	90	10
56	Captafol	498	121	
56	Terbuthylazin	50	99	

Table 10: Additional Pesticide Residues Reported

criteria	number of satisfactory participants	total number participants	satisfactory %
correctly identified all eight pesticides	24	33	73
correctly identified AND reported satisfactory results for all eight pesticides	7	33	21

Table 11: Number and Percentage of Participants Correctly Identifying and Reporting Satisfactory Results for all Pesticides Present

Homogeneity Data for Salad Homogenate Sample B

sample id	analyte									
	dichloran		pyrimethanil		boscalid		pendimethanil			
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2
1	0.08006	0.07864	0.04244	0.04278	0.57503	0.58357	0.03882	0.03841		
2	0.0798	0.07791	0.04288	0.04164	0.58094	0.55364	0.03885	0.0383		
3	0.07566	0.07998	0.03989	0.04248	0.52655	0.5524	0.03628	0.03882		
4	0.07564	0.08276	0.04076	0.04378	0.53521	0.58246	0.03747	0.04066		
5	0.07908	0.08141	0.04171	0.04379	0.56808	0.56626	0.03816	0.03925		
6	0.08177	0.06872	0.04369	0.03844	0.58225	0.4809	0.03995	0.03533		
7	0.07397	0.07851	0.03966	0.04313	0.50488	0.49881	0.03646	0.03915		
8	0.08203	0.07961	0.04397	0.04281	0.55689	0.55254	0.03956	0.03928		
9	0.07637	0.07084	0.04136	0.03762	0.5144	0.46725	0.03727	0.03479		
10	0.08412	0.08737	0.04507	0.04574	0.59064	0.60209	0.04109	0.04181		
<i>mean, n</i>	0.078713	20	0.042182	20	0.54874	20	0.038486	20		
origin of target sd (sp)	Horwitz	<120ppb	Horwitz	<120ppb	Horwitz	original	Horwitz	<120ppb		
abs. target sd (sp) & as RSD%	0.017317	22	0.00928	22	0.096077	17.50876	0.008467	22		
s_{an}	0.003989		0.001965		0.028639		0.001637			
s_{am}^2	3.37E-06		5.67E-07		0.000696		6.77E-07			
σ_{all}^2	2.7E-05		7.75E-06		0.000831		6.45E-06			
critical	6.68E-05		1.85E-05		0.00239		1.48E-05			
$s_{am}^2 < \text{critical?}$	ACCEPT		ACCEPT		ACCEPT		ACCEPT			

sample id	analyte									
	fludioxinil mg/kg		propamocarb mg/kg		methomyl mg/kg		thiamethoxam mg/kg			
	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2
1	0.44592	0.44994	1.973	2.203	0.079	0.088	0.043	0.049	0.043	0.049
2	0.44646	0.43411	2.14	2.185	0.081	0.079	0.045	0.045	0.045	0.045
3	0.39468	0.43758	2.007	2.132	0.079	0.076	0.05	0.049	0.05	0.049
4	0.41141	0.46528	2.093	2.196	0.078	0.085	0.052	0.046	0.052	0.046
5	0.43024	0.45278	2.171	2.193	0.081	0.083	0.045	0.05	0.045	0.05
6	0.4468	0.38252	2.272	2.162	0.087	0.08	0.051	0.048	0.051	0.048
7	0.39669	0.42586	2.014	2.102	0.081	0.074	0.044	0.046	0.044	0.046
8	0.43895	0.43734	2.016	2.12	0.083	0.072	0.048	0.045	0.048	0.045
9	0.40024	0.37099	2.166	2.02	0.074	0.074	0.046	0.045	0.046	0.045
10	0.46826	0.48172	2.21	2.156	0.086	0.076	0.05	0.048	0.05	0.048
<i>mean, n</i>	0.430889	20	2.12655	20	0.0798	20	0.04725	20	0.04725	20
origin of target sd (sp)	Horwitz	original	Horwitz	original	Horwitz	<120ppb	Horwitz	<120ppb	Horwitz	<120ppb
abs. target sd (sp) & as RSD%	0.078239	18.15758	0.303662	14.27956	0.017556	22	0.010395	22	0.010395	22
s_{an}	0.023918		0.082624		0.004827		0.0025		0.0025	
s_{am}^2	0.000321		0		0		3.89E-07		3.89E-07	
σ_{all}^2	0.000551		0.008299		2.77E-05		9.73E-06		9.73E-06	
<i>critical</i>	0.001614		0.022497		7.57E-05		2.46E-05		2.46E-05	
$s_{am}^2 < \text{critical?}$	ACCEPT		ACCEPT		ACCEPT		ACCEPT		ACCEPT	

Table 12: Results of Homogeneity Tests by FAPAS®