

Validazioni presso il Laboratorio Standard Latte

2009-2011



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

Attività passata e futura.....

AIA-LSL Montegrotto 2009

- Strumenti IR/citometria di flusso CBT Bentley e Foss
- Strumento colorimetrico urea - CDR
- Test sul protocollo di validazione ICAR allineato con la IDF 128-3
- Progetti di validazione

Fossomatic Minor/Nucleocounter/Delaval

- 2002-2007 organizzazione degli studi di precisione per i metodi di riferimento

Grasso-Azoto-Crioscopia –Cellule Somatiche nel latte di vacca –pecora e capra
per un totale di 8 studi

Validazione utilizzo conservante Bronysolv II° semestre 2009

- World Dairy Summit Berlino 2009 presentazione Validazione dei metodi alternativi



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

Attività passata e futura.....

AIA-LSL Montegrotto 2009

- FT Plus Foss 2009 confronto con FT 6000 validazione di routine
- 2009/2010 Somascope Smart Delta validazione di routine
- 2010 ISO/IDF presentazione dati CCD camera vs riferimento e citometria di flusso
- 2010 Validazione crioscopio Alba Project validazione di riferimento
- 2010 Bentley FTS validazione di riferimento



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

FT PLUS FOSS

Accuratezza animale singolo					Accuratezza animale singolo				
GRASSO					PROTEINE				
	FT 6000	FT PLUS	LIMITI ICAR	Specifiche Foss		FT 6000	FT PLUS	LIMITI ICAR	Specifiche Foss
N	123	123			N	123	123		
mean	4,05	4,06			mean	3,41	3,41		
range	3,79	3,76	2-6	2-10	range	2,35	2,32	2,5-4,5	2-10
min	2,26	2,26			min	1,76	1,80		
max	6,05	6,02			max	4,11	4,12		
sr	0,004	0,003	0,014		sr	0,004	0,003	0,014	
sr%	0,10%	0,08%			sr%	0,12%	0,09%		
r	0,01	0,01			r	0,01	0,01		
r%	0,3%	0,2%		0,5 %	r%	0,3%	0,2%		0,5 %
slope		0,997	1 +/- 0,05		slope		1,021	1 +/- 0,05	
bias		-0,002			bias		-0,071		
mean d		0,0132	0,02*		mean d		-0,0007	0,02*	
sd d		0,01	0,1		sd d		0,01	0,1	
sy,x		0,012	0,07		sy,x		0,006	0,07	
sy,x %		0,30%		1,5 %	sy,x %		0,18%		1,5 %

*0,02 è il limite calcolato secondo la ISO 9622 dove $media\ d=0,2/\sqrt{n}$

N = numero campioni analizzati
 mean = media dei campioni
 min = valore minimo
 max = valore massimo
 Sr = deviazione standard di ripetibilità
 Sr% = deviazione standard di ripetibilità percentuale
 r = ripetibilità
 mean d = media degli scarti dal riferimento
 sd d = deviazione standard delle differenze
 sy,x = deviazione standard dei residui



Attività di validazione AIA-LSL
 11° Meeting AIA-LSL 2011
 Silvia Orlandini

FT PLUS FOSS

Validato per 500 camp./h

$$S_{yx \text{ grasso}} = 0,012$$

$$S_{yx \text{ proteine}} = 0,0006$$

Limiti

0,07

validazione base contro il metodo di

riferimento

0,02

validazione base contro il metodo di

routine



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

SOMASCOPE SMART DELTA

Limiti

Somascope Smart 1								
Sample	Type of milk	Instrument slope	n	Slope RT	Bias	S_{yx}	$S_{yx} \%$	% differences
RT routine Jan 2010	Raw milk	0,99	5	0,96	15,52	13,63	3%	-2%
RT CCS Jan 2010	Frozen milk	0,99	9	1,02	-44,36	26,29	4%	4%
RT routine Mar 2010	Raw milk	0,99	5	0,94	5,66	5,39	1%	5%
RT routine Sept 2010	Raw milk	0,99	5	0,83	23,01	9,86	2%	12%
RT CCS Jan 2011	UHT milk	1,00	9	0,90	7,24	10,60	2%	9%
RT routine Mar 2011	Raw milk	0,95	5	0,91	13,39	6,49	1%	5%
Rt CCS Apr 2011	UHT milk	0,95	9	0,94	28,60	13,06	3%	-1%

$$S_{yxCCS} \% = 2,3\%$$

10%

validazione base contro il metodo di

riferimento

4-5%

validazione ROUTINE contro il metodo di

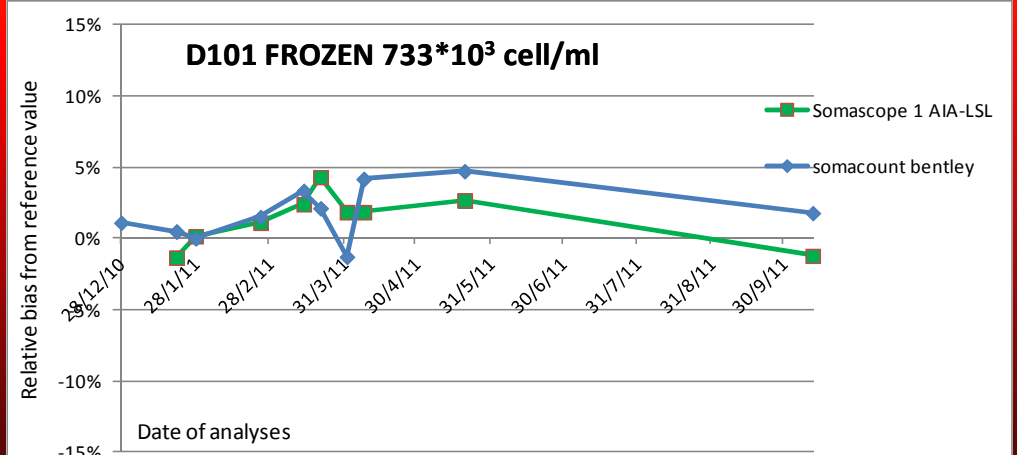
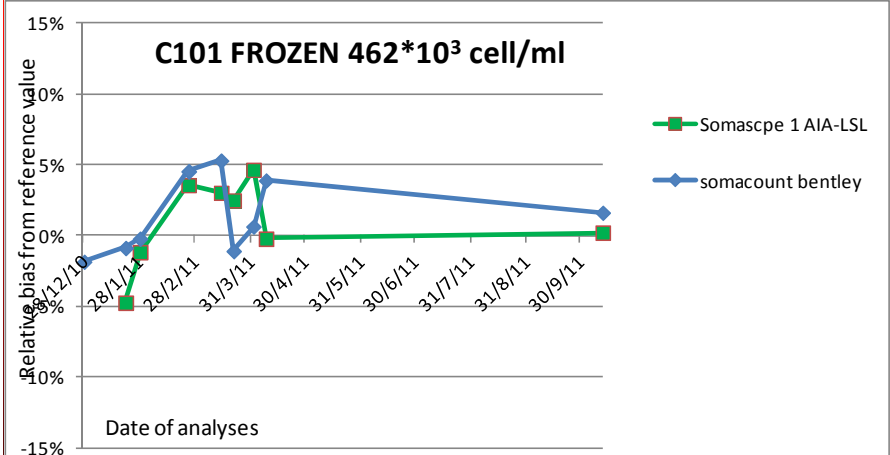
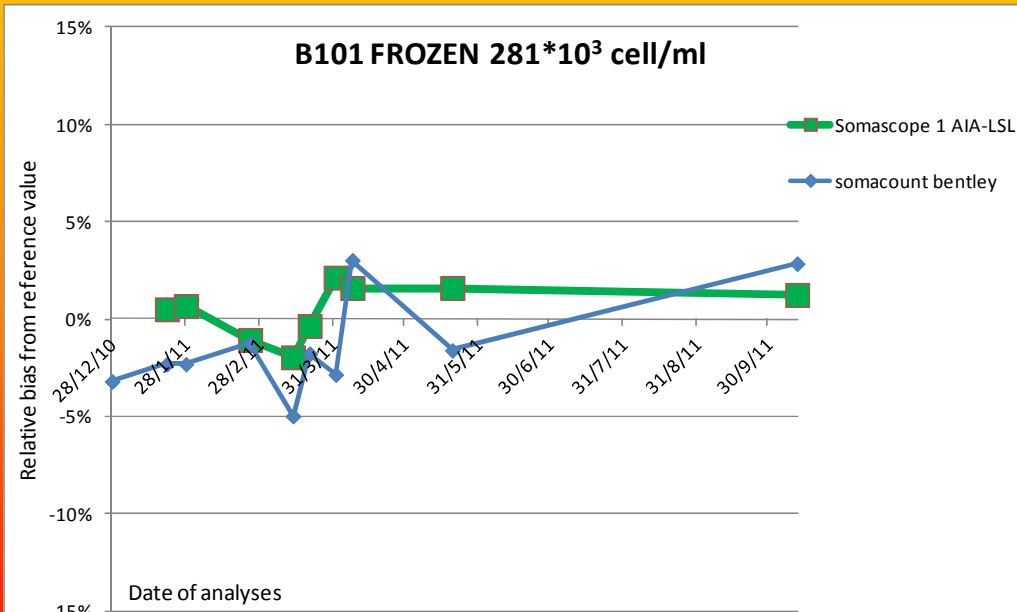
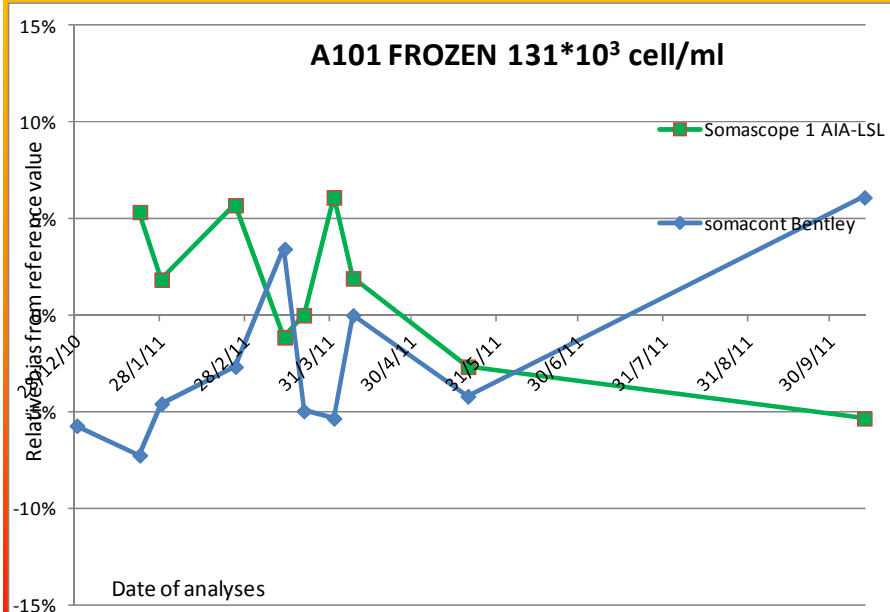
routine



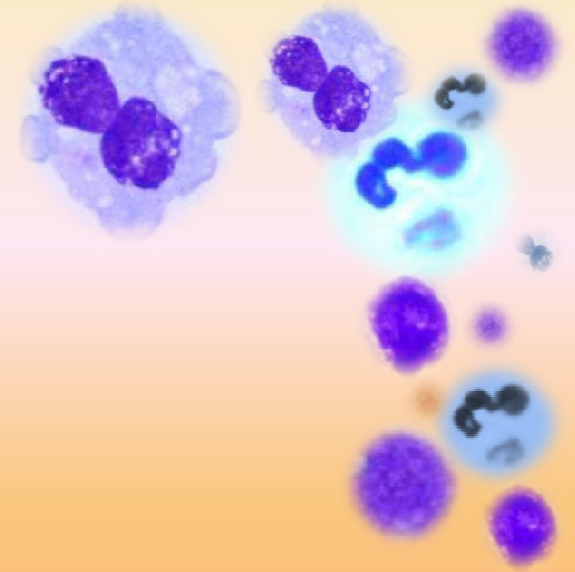
Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

SOMASCOPE SMART



CCD camera versus citometria di flusso e riferimento



Silvia Orlandini
AIA-Laboratorio _Standard Latte

COSTRUTTORI CCD CAMERA



DeLaval

- DCC



Chemometec

- NUCLEOCOUNTER



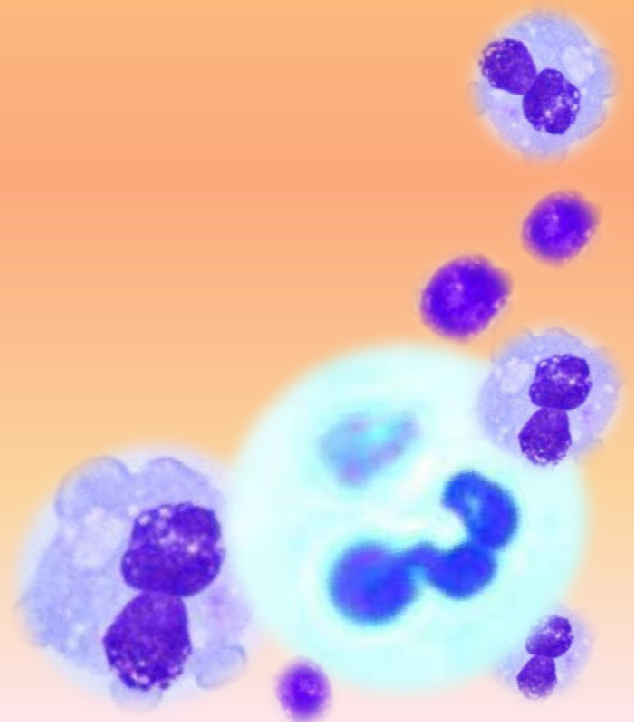
Incyto

C-READER



Foss

- FOSS MINOR



	REFERENCE METHOD	CCD Camera NUCLEOCOUNTER- C- READER	CCD Foss Minor	ROUTINE METHOD
SAMPLING	MANUAL	MANUAL	AUTOMATIC	AUTOMATIC
DILUTION	MANUAL	MANUAL	AUTOMATIC	AUTOMATIC
COUNTING	MANUAL	AUTOMATIC	AUTOMATIC	AUTOMATIC
STATISTICAL DISTRIBUTION	POISSON	POISSON	POISSON	NORMAL

TEST ESEGUITI

DCC
MCS (NL)

NUCLEO
COUNTER
MCS (NL)

NUCLEO
COUNTER
(USA)

NUCLEO
COUNTER
AIA-LSL (IT)

FOSS MINOR
AIA-LSL (IT)

DCC
AIA-LSL (IT)

C – READER
(J. Dairy Sci. 2007.
90:2253-2259.)

2001

2003

2004

2006

2007

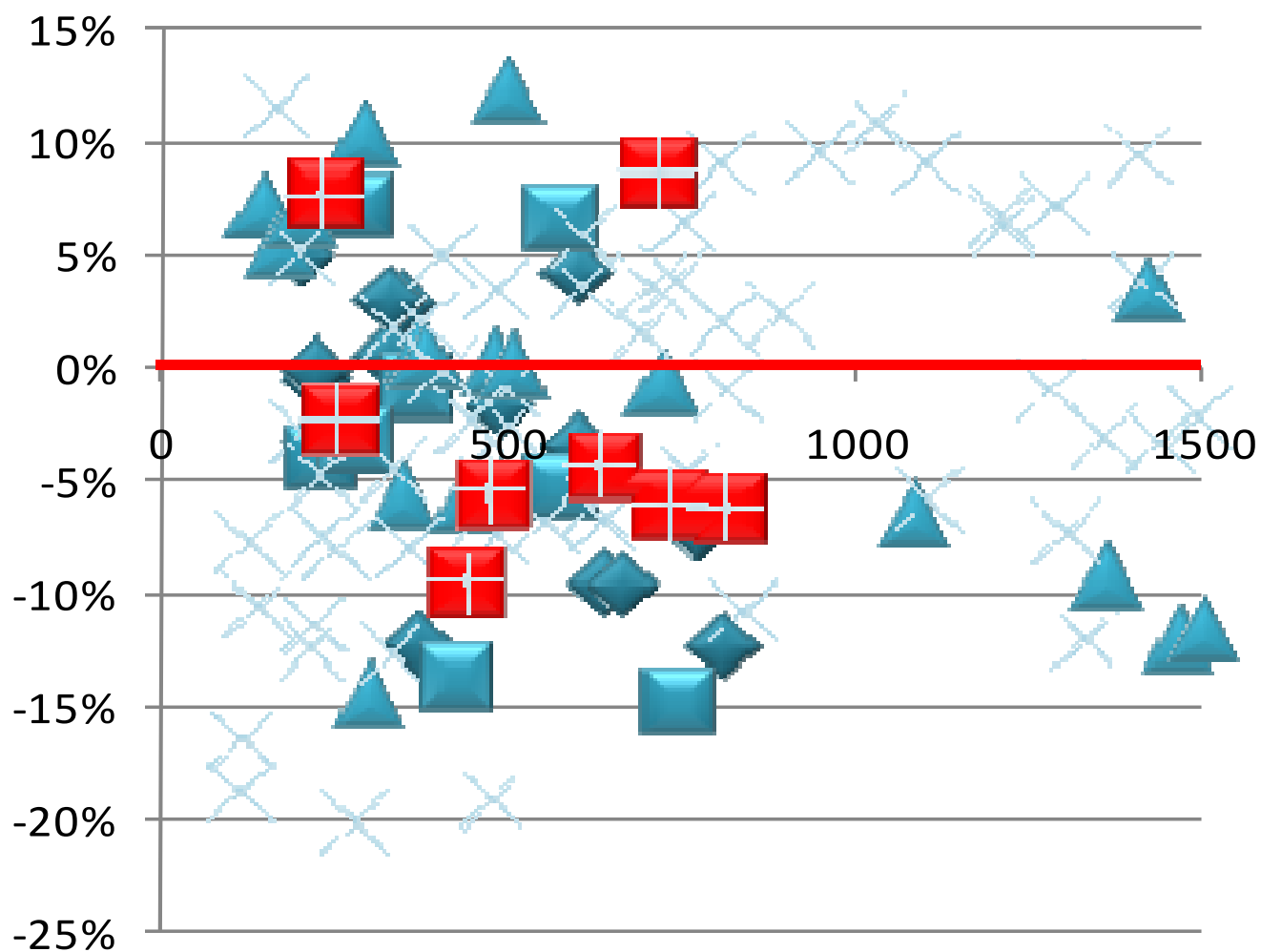
.....

ACCURATEZZA



Ref. Method

Mean Bias= CCD- Ref. Method



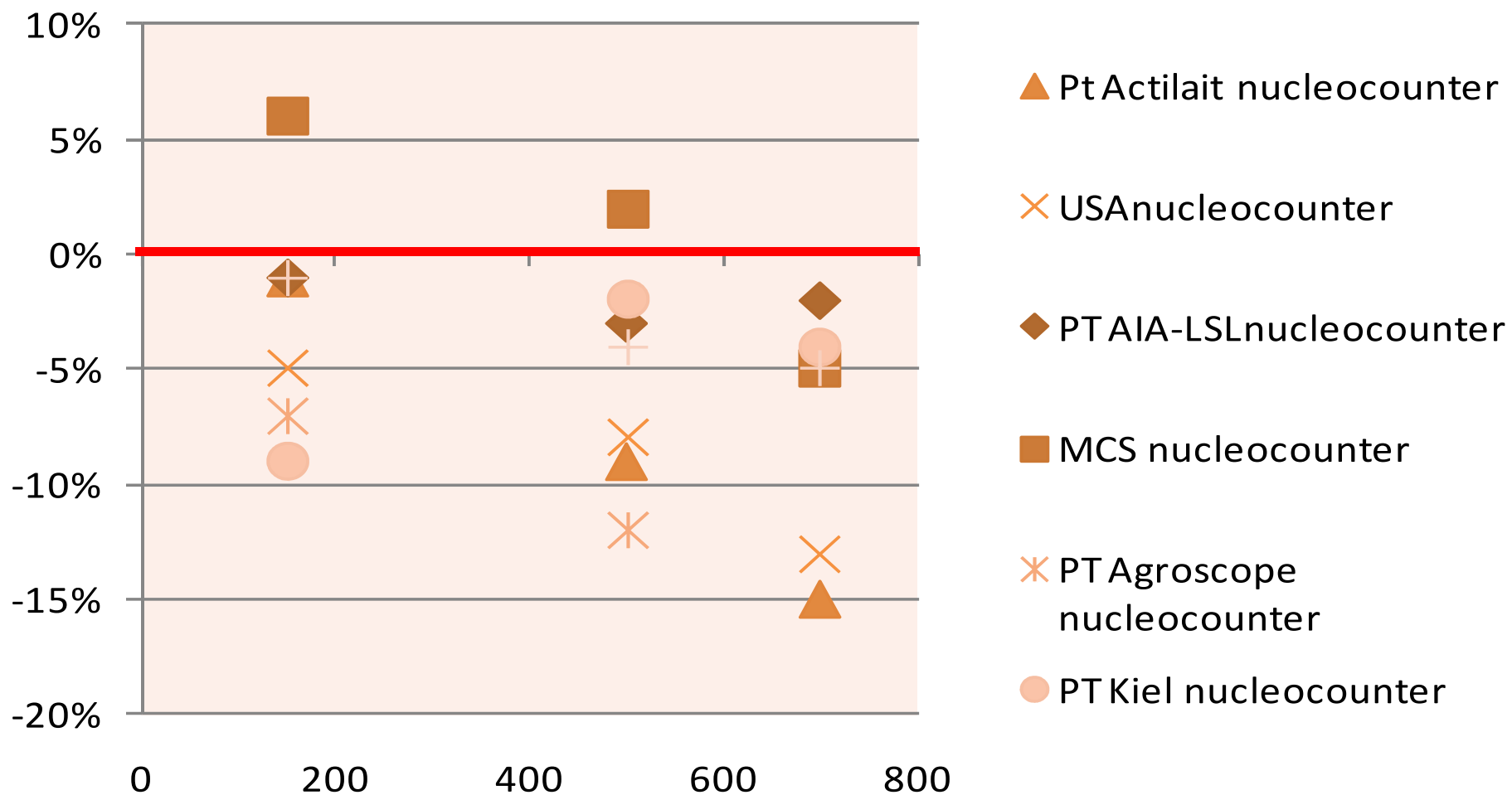
- mcs-nucleo
- pt agroscope
- aia-lsl nucleo
- aia-lsl minor
- cs nucleocounter

123
samples

ACCURATEZZA

Routine method

Mean Bias= CCD- Routine



CRIOSCOPIO

ALBA PROJECT

Estate 2010

100 campioni di singola bovina e 37 di latte di massa
su 4 unità operative

•Ripetibilità

- Riproducibilità Intra-Strumento
- Linearità
- Accuratezza

Ripetibilità					
Campioni di singola bovina					
	tor 1	tor 2	tor 3	tor 4	limits ISO 5764
n	100	100	100	100	
media	-530	-530	-530	-531	
min	-563	-561	-563	-564	
max	-511	-511	-512	-511	
sr	0,8	1,1	1,1	1,2	1,3
r	2,1	3,1	2,9	3,3	3,6



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

CRIOSCOPIO

ALBA PROJECT

- Ripetibilità
- Riproducibilità Intra-Strumento
- Linearità
- Accuratezza

SR intra-strumento singola bovina

		limits
n	104	
sd mean	2,1	
sL	2,0	
sr	1,0	
min	-563	
max	-511	
SR intra-strumento	2,2	2,3



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

CRIOSCOPIO

ALBA PROJECT

100 campioni di singola bovina e 37 di latte di massa

- Ripetibilità
- Riproducibilità Intra-Strumento
- Linearità**
- Accuratezza

Linearità			Limits
Soluz. Std. NaCl			
	De/DM	S _{yx}	
T1	1,47%	0,82	
T2	1,76%	1,13	
T3	1,16%	0,78	
T4	1,23%	0,90	2%



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

CRIOSCOPIO

ALBA PROJECT

- Ripetibilità
- Riproducibilità Intra-Strumento
- Linearità

- Accuratezza**

ACCURATEZZA AP 4001

	Singola Bovina	Latte di massa	Limits
S_{yx} T1	1,59	1,85	
S_{yx} T2	1,76	2,02	
S_{yx} T3	2,09	2,08	
S_{yx} T4	2,24	2,21	3,6



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

FT S BENTLEY

VALIDAZIONE BASE

STRUMENTO

VERSUS

METODO
RIFERIMENTO

PERIODO Agosto – Novembre 2010
5000 analisi



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

FT S BENTLEY

•stabilità giornaliera

- Trascinamento +
- Linearità +
- accuratezza e ripetibilità +

Deviazione Standard di Riproducibilità giornaliera				
	Grasso Basso	Grasso Medio	Grasso Alto	LIMITI
Media	2,01	3,55	5,00	
S _r	0,008	0,005	0,005	0,014
S _c	0,017	0,017	0,023	
S _R	0,019	0,017	0,023	0,028
	Proteine Basso	Proteine Medio	Proteine Alto	LIMITI
Media	2,61	3,34	4,05	
S _r	0,005	0,004	0,006	0,014
S _c	0,014	0,013	0,013	
S _R	0,015	0,013	0,014	0,028



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Silvia Orlandini

CONCLUSIONI

- Il LSL dal 2006 esegue validazioni allineate con ISO 8196-3 IDF 128-3
- I risultati sono stati sempre positivi grazie all'approccio costruttivo delle ditte !!!!!
- LSL è riconosciuto da **ICAR** come centro di validazione
- Perché.....



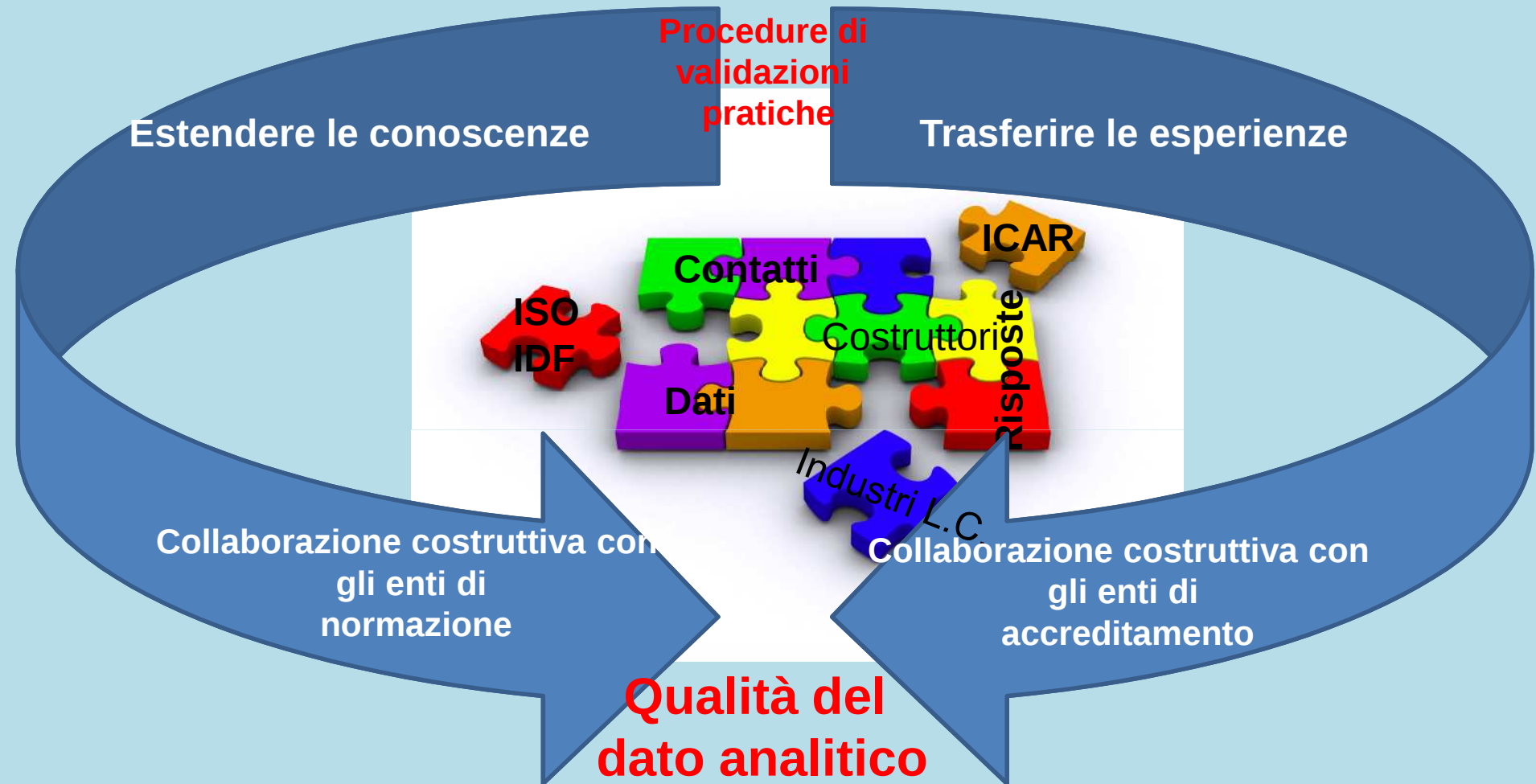
LSL ha Superato molte delle barriere tecniche

- E' accreditato per tutti i principali metodi di riferimento di analisi del latte
- Tecnici qualificati
- Esperienza di pianificazione sperimentale
- Attività programmata e certificata per l'esecuzione dei PT presto accreditati !
- Attività di validazione è programmata intesa come servizio per i Ns soci e clienti
- Costanti e costruttivi contatti con i costruttori
- Applica normative internazionalial cui sviluppo ha dato un valido contributo



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011

Superare le barriere BUROCRATICHE.....



Attività di validazione AIA-LSL
11° Meeting AIA-LSL 2011