PTP N° 0023 P

PROGRAMMA

Dati**A**nalisi**M**etodi**O**rganizzazione**C**onfronti**L**aboratori**E**sperti

RING TEST Aflatossina B1 nel mais

Marzo 2022

RTB1 220322

Associazione Italiana Allevatori – Laboratorio Standard Latte
Via dell'industria snc - 00054 Maccarese, Roma
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail lsl@aia.it

INDICE

Indice…… pag. 2

Norme e documenti di riferimento…… pag. 3

Guida all'interpretazione del Ring Test…… pag. 4

Elenco laboratori …… pag. 6

Diagramma di distribuzione di Kernel…… pag. 7

Risultati…….. pag.8

Grafici……..……..……..... pag.10

Per l'organizzazione e l'elaborazione dei dati del RING TEST, il Laboratorio Standard Latte segue in modo conforme i requisiti previsti nei seguenti documenti o norme:

- ISO 5725 – 2:2019 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 2;
- ISO 13528:2015 – Statistical methods for use in Proficiency Testing by laboratory comparison
- Pure Appl. Chem. Vol. 78, n°1 pp.145-196, 2006 (The International harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories);
- ISO/IEC 17043:2010 Conformity assessment – General Requirements for proficiency testing
- ISO Guide 17034:2016 – General requirements for the competence of reference material producer
- ISO/IEC 17025:2018: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- J. Dairy Sci. 99:6808-6827: A proficiency test system to improve performance of milk analysis methods and produce reference values for component calibration samples for infrared milk analysis.
- ISO GUIDE 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)

GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Il presente Ring Test ha l'obiettivo di valutare le performance dei laboratori partecipanti in conformità alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043.
Il Laboratorio Standard Latte è accreditato come provider di prove valutative interlaboratorio (Proficiency Testing Provider, PTP) da Accredia, con codice PTP N°0023P.
Tutte le informazioni in possesso del Laboratorio Standard Latte sui partecipanti sono riservate e non saranno divulgate a nessuno se non esplicitamente concordato con il partecipante.
Questo Ring Test è stato effettuato su 4 lotti di farina di mais.
L'omogeneità e la stabilità sono state verificate, con esito positivo, in conformità alla norma ISO 13528 - Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, per ciascun lotto.
L'unimodalità della distribuzione dei risultati è stata verificata attraverso il diagramma di densità di Kernel. I dati hanno una distribuzione unimodale quando l'area del picco è uguale o maggiore al 95%.

1. Il requisito di unimodalità dei dati è confermato dalla condizione per cui $s^* < 1.2 s_{RT}$
   s^* = scarto tipo robusto calcolato attraverso l'algoritmo A (ISO 13528 C.3.1).
2. Se tale requisito non viene soddisfatto e la distribuzione risulta multimodale, l'incertezza di misura non viene calcolata e sono forniti i valori di media, scarto tipo e zscore a solo titolo informativo.

I laboratori sono identificati da un numero che è stato precedentemente comunicato per e-mail.
La valutazione della performance del laboratorio viene calcolata sulla media delle repliche.
I laboratori outliers sono stati valutati attraverso il test di Cochran ed il test di Grubbs.
Prima di procedere al calcolo degli outliers, quando necessario, si eliminano i dati del laboratorio che presentano una differenza dalla media di tutti i risultati pari a 3 volte lo scarto tipo per quel campione (prescrutinizzazione).
Tutti i risultati outliers sono evidenziati in neretto.

VALORE ASSEGNATO

Il valore assegnato è rappresentato dalla media dei risultati esclusi gli outliers.
Lo scarto tipo del Ring Test deriva dalle figure di precisione del RT: $s_{RT} = \sqrt{s_{R(RT)}^2 - s_{r(RT)}^2/2}$ e corrisponde alla deviazione standard dei risultati dei laboratori esclusi gli outliers.
Nel caso in cui $p<12$ viene eseguita una statistica descrittiva e non può essere fornita la valutazione della performance del laboratorio partecipante.
Si calcola quindi solo:

- media come valore assegnato
- scarto tipo come deviazione standard dei risultati

VALUTAZIONE DEI LABORATORI: ZSCORE E DISTANZA EUCLIDIANA D

Lo zeta score (zs) di ciascun campione viene calcolato:

$$zs = (x_i - x_{RTi}) / s_{RTi}$$

x_i = media del campione i_{esimo}
x_{RTi} =valore assegnato del campione i_{esimo}
s_{RTi} = scarto tipo del campione i_{esimo}

Lo zs deve essere utilizzato dal laboratorio partecipante per valutare la propria performance nel Ring Test effettuato:

$\|zs\| \leq 2$	Soddisfacente
$2 < \|zs\| < 3$	Dubbio
$\|zs\| \geq 3$	Insoddisfacente

Nel report sono evidenziati in arancione i valori di zs dubbi, in rosso quelli insoddisfacenti.
Il Laboratorio Standard latte fornisce lo zs fisso, qualora disponibile, calcolato con lo scarto tipo fisso risultato delle medie delle varianze degli scarti tipo dei Ring test precedenti fino al 2018.
Lo ZS fisso permette di monitorare l'andamento del laboratorio nel tempo ed individuare le linee di tendenza (carta di controllo). Non ha scopo valutativo per il presente RT.

La distanza euclidiana D rappresenta la dispersione dei valori intorno al valore assegnato:

$$D = \sqrt{(mdiff^2 + stdiff^2)}$$

m diff = la media aritmetica delle singole differenze (m diff);
st diff= lo scarto tipo delle differenze (st diff);

Il valore di D ottenuto può essere utilizzato per valutare come il proprio laboratorio si è classificato rispetto all'andamento generale del ring test.
Nel caso in cui il numero dei campioni sia inferiore a 3 non è calcolata la D.

INCERTEZZA DI MISURA

L'incertezza di misura u(x) per campione viene calcolata secondo la formula:

$$u(x) = s_{RT}/\sqrt{p}$$

s_{RT}= scarto tipo del Ring Test
p = numero di osservazioni valide

L'incertezza di misura viene pubblicata sul report finale solo se supera il criterio di accettabilità $u(x)<0,3*s_{RT}$.
Nel caso in cui il criterio di accettabilità non sia rispettato il valore assegnato non è affidabile e non può essere fornita una valutazione dei laboratori per il parametro interessato. In tal caso viene fornito il valore dello z score solo a titolo informativo.
Nel caso in cui la distribuzione dei risultati non sia unimodale oppure p<12, l'incertezza di misura non può essere valutata.

RING TEST AFLATOSSINA B1 NEL MAIS
RTB1 220322

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ASS. REGIONALE ALLEVATORI BASILICATA - POTENZA

ASS. REGIONALE ALLEVATORI PIEMONTE SEZ.CUNEO

ASS. REGIONALE ALLEVATORI VENETO - PADOVA

ASS.REGIONALE ALLEVATORI LOMBARDIA - CREMA

BIOCHEMICAL SERVICE

CASTALAB

GI.MA SRL STAB. LONGIANO

GI.MA SRL STAB. RIPAMOLISANI

GI.MA SRL STAB. RUBIERA

GI.MA SRL STAB.CAVALLERMAGGIORE

LATTE ARBOREA

NUTRISERVICE SRL

PA.L.MER. SCARL

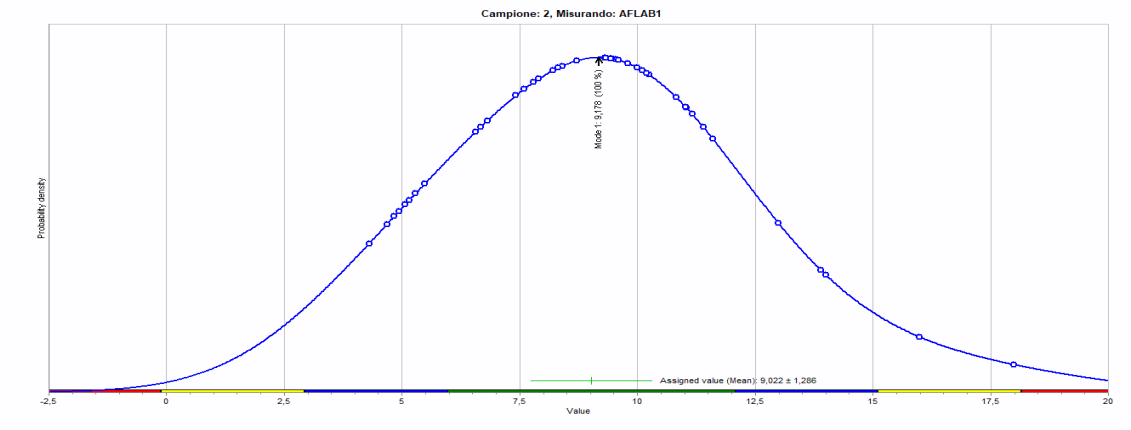
PROGNOSIS BIOTECH SA

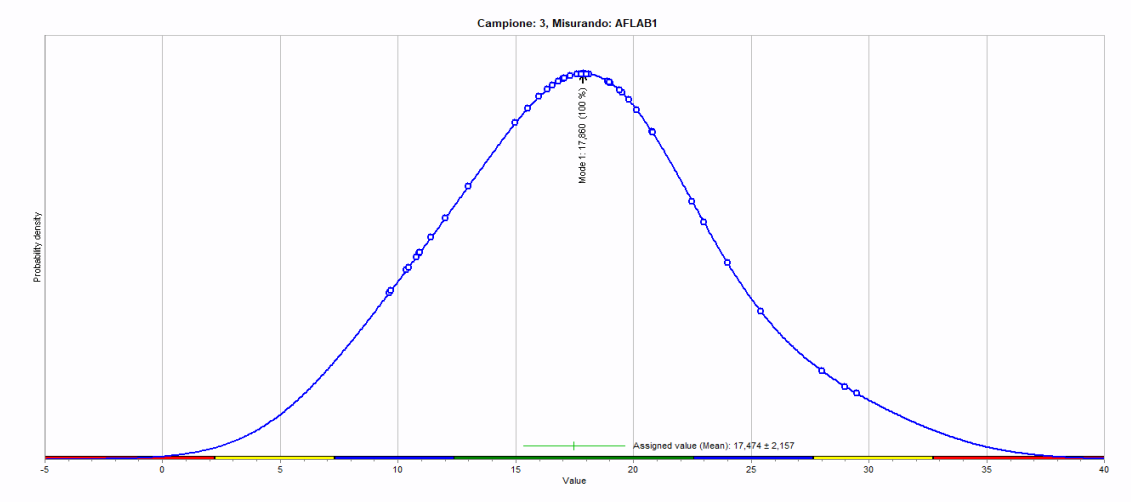
STUDIO F2 SRL

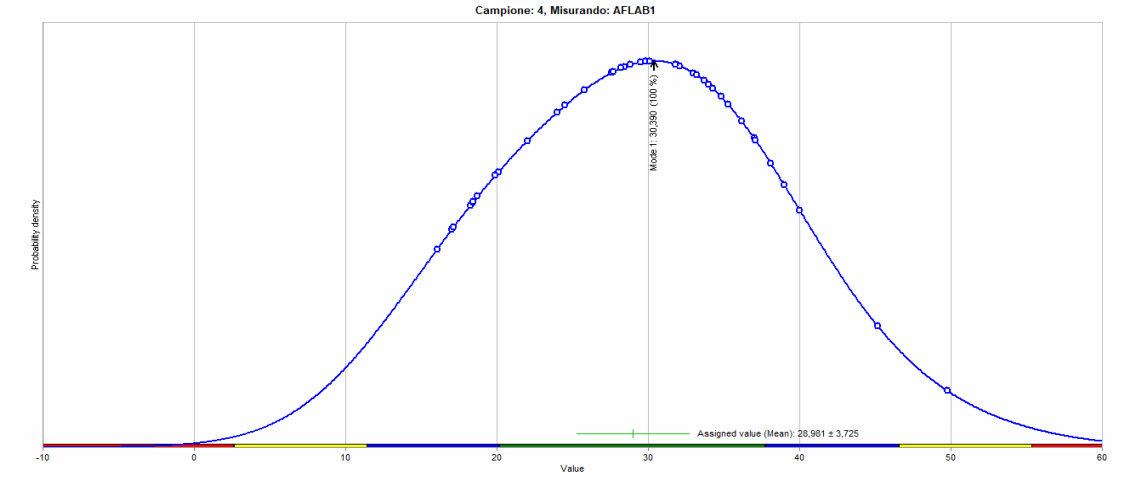
Laboratori partecipanti	15
Sessioni di lavoro per HPLC	5
Sessioni di lavoro per ELISA	11
Sessioni di lavoro per FLUORIMETRO	1
Sessioni di lavoro per LATERAL FLOW	4
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	22 Marzo
Data indicata per l'invio dei risultati	31 Marzo
% dei risultati ricevuti nei limiti indicat	67%
Ultimi risultati ricevuti	08 aprile
Data emissione del report	11 Aprile
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'emissione del report	20
Coordinatore	Barbara Magnani
Responsabile dell'emissione	Annunziata Fontana

KIT ELISA UTILIZZATI	%
CHARM TEST	9%
EUROFINS TECNA	36%
PROGNOSIS BIOTECH	55%
R-BIOPHARM	9%

DIAGRAMMA DI DENSITA' DI KERNEL







RING TEST
AFLATOSSINA B1
RTB1 220322

RING TESTAFLATOSSINA B1 NEL MAIS

ACCREDIA
IPTB N° 0023 B

CONTENUTO IN AFLATOSSINA B1 µg/kg

RISULTATI

	1*	ZS1	Outlier	2	ZS2	Outlier	3	ZS3	Outlier	4	ZS4	Outlier	METODO	KIT/ %RECUPERO
2	--			9,13	-0,03		20,49	0,56		47,47	2,21		ELISA	PROGNOSIS BIOTECH
3	--			9,72	0,17		18,51	0,15		33,31	0,47		HPLC	80%
4	--			5,01	-1,43		11,17	-1,35		18,32	-1,38		ELISA	EUROFINS TECNA
5	--			4,76	-1,51		10,24	-1,54		18,59	-1,34		ELISA	EUROFINS TECNA
6	0,22			9,72	0,17		19,19	0,29		28,90	-0,07		HPLC	95%
7	1,17			10,14	0,31		18,25	0,10		35,64	0,75		ELISA	n.d.
8	0,70			11,60	0,81		16,15	-0,33		20,00	-1,17		LATERAL F	VICAM
9	0,85			9,90	0,23		21,15	0,70		27,30	-0,27		--	VICAM
10	--			7,75	-0,50		12,50	-1,08		23,00	-0,80		FLUORIME	VICAM
11	--			8,30	-0,31		16,50	-0,26		23,25	-0,77		ELISA	PROGNOSIS-BIOTECH
12	--			17,00	2,64		28,50	2,21		38,00	1,04		LATERAL F	VICAM
13	--			12,65	1,16		27,45	1,99		37,60	1,00		--	VICAM
14	1,00			13,50	1,45		23,50	1,18		33,50	0,49		LATERAL F	CHARM LF
15	--			8,06	-0,40		17,39	-0,08		29,86	0,04		HPLC	98%
16	--			11,10	0,64		20,80	0,62		40,02	1,29		HPLC	93%
17	--			10,17	0,32		19,26	0,31		33,73	0,52		ELISA	PROGNOSIS BIOTECH
18	--			7,12	-0,71		16,16	-0,33		30,16	0,08		ELISA	R-BIOPHARM
19	--			4,90	-1,47		10,27	-1,54		16,54	-1,60		ELISA	EUROFINS TECNA
20	--			5,22	-1,36		10,41	-1,51		17,08	-1,53		ELISA	EUROFINS TECNA
21	--			6,62	-0,88		16,46	-0,27		27,92	-0,20		HPLC	96%
22	1,15			9,93	0,24		18,40	0,13		35,75	0,77		ELISA	PROGNOSIS BIOTECH
23	1,14			9,68	0,15		17,85	0,02		32,90	0,42		ELISA	PROGNOSIS BIOTECH
24	0,75			10,14	0,31		17,95	0,04		29,80	0,04		LATERAL F	PROGNOSIS BIOTECH

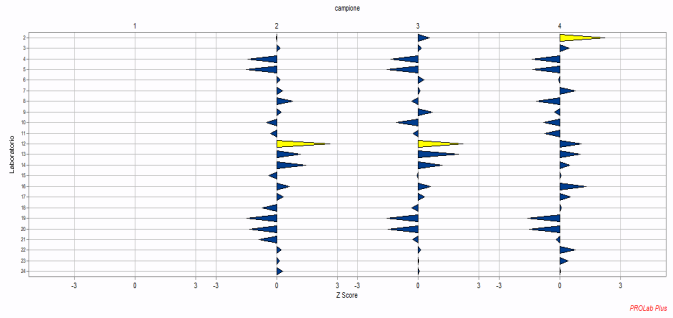
* CAMPIONE NEGATIVO

valore assegnato	0,87	9,22	17,76	29,50
s_{RT}	--	2,95	4,87	8,13
p	8	23	23	23
u	--	0,62	1,02	1,70
sR	--	2,99	4,92	8,18
sr	--	0,67	0,96	1,31
R	--	8,38	13,77	22,92
r	--	1,88	2,67	3,68
sR relativa %	--	32%	28%	28%
sr relativa %	--	7%	5%	4%
Percentuale di score soddisfa	--	96%	96%	96%
Percentuale di score dubbi	--	4%	4%	4%
Percentuale di score insoddis	--	0%	0%	0%
n°laboratori che hanno riportato il risultato	8	23	23	23

Legenda:

sRT	scarto tipo del Ring Test
p:	Numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica
u:	incertezza di misura
sR	scarto tipo di Riproducibilità
sr:	scarto tipo di ripetibilità
R	riproducibilità
r:	ripetibilità
sR relativa %:	scarto tipo di riproducibilità relativo
sr relativa %:	scarto tipo di ripetibilità relativo
--	dato mancante
	Z SCORE 2<|zs|< 3
	Z SCORE |ZS|≥3

ZSCORE



ACCREDIA
L'ENTE ITALIANO DI ACCREDITAMENTO
PTP N° 0023 P

	DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO			
COD	1	2	3	4
2		-0,05	2,75	18,24
3		0,54	0,77	4,08
4		-4,17	-6,57	-10,91
5		-4,42	-7,50	-10,64
6		0,54	1,45	-0,33
7		0,96	0,51	6,41
8		2,42	-1,59	-9,23
9		0,72	3,41	-1,93
10		-1,43	-5,24	-6,23
11		-0,88	-1,24	-5,98
12		7,82	10,76	8,77
13		3,47	9,71	8,37
14		4,32	5,76	4,27
15		-1,12	-0,35	0,63
16		1,92	3,06	10,79
17		0,99	1,52	4,50
18		-2,06	-1,58	0,93
19		-4,28	-7,47	-12,69
20		-3,96	-7,33	-12,15
21		-2,56	-1,28	-1,31
22		0,75	0,66	6,52
23		0,50	0,11	3,67
24		0,96	0,21	0,57

m diff	st diff	D
6,98	9,85	12,07
1,80	1,98	2,68
-7,22	3,41	7,98
-7,52	3,11	8,14
0,55	0,89	1,05
2,63	3,29	4,21
-2,80	5,92	6,54
0,74	2,67	2,77
-4,30	2,53	4,99
-2,70	2,84	3,92
9,12	1,50	9,24
7,19	3,29	7,90
4,79	0,84	4,86
-0,28	0,88	0,92
5,26	4,82	7,14
2,34	1,90	3,01
-0,91	1,61	1,85
-8,15	4,24	9,19
-7,81	4,12	8,83
-1,72	0,73	1,87
2,64	3,36	4,28
1,43	1,96	2,42
0,58	0,38	0,69

ORD	COD	D	%
1	24	0,69	4%
2	15	0,92	9%
3	6	1,05	13%
4	18	1,85	17%
5	21	1,87	22%
6	23	2,42	26%
7	3	2,68	30%
8	9	2,77	35%
9	17	3,01	39%
10	11	3,92	43%
11	7	4,21	48%
12	22	4,28	52%
13	14	4,86	57%
14	10	4,99	61%
15	8	6,54	65%
16	16	7,14	70%
17	13	7,90	74%
18	4	7,98	78%
19	5	8,14	83%
20	20	8,83	87%
21	19	9,19	91%
22	12	9,24	96%
23	2	12,07	100%

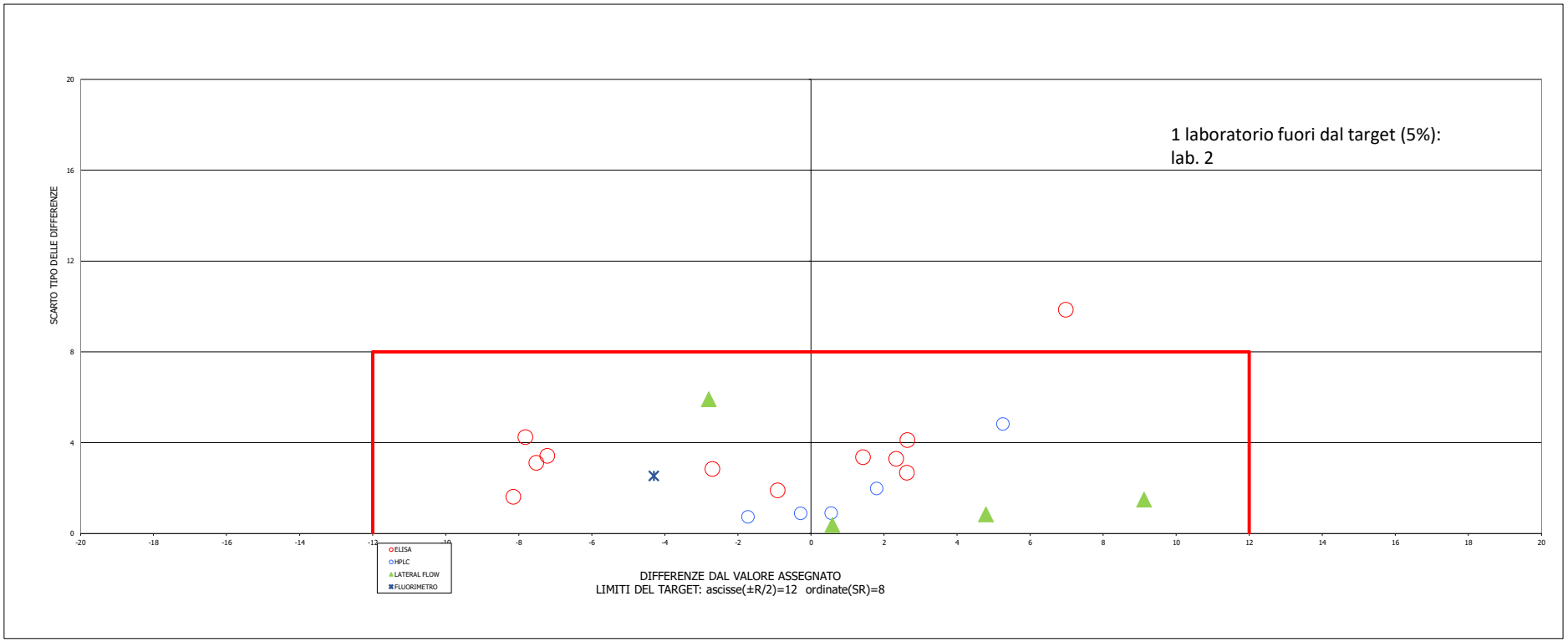
ORD = ordinamento;
D = distanza euclidiana dall'origine degli assi.

$$\mathbf{D} = \sqrt{(\text{m diff})^2 + (\text{st diff})^2}$$

dove **m diff** = m lab - valore di riferimento;
st diff= scarto tipo delle differenze

Ring Test aflatossina B1 nel mais

DISPERSIONE DEI RISULTATI INTORNO AL VALORE ASSEGNATO
Unità di misura ng/kg

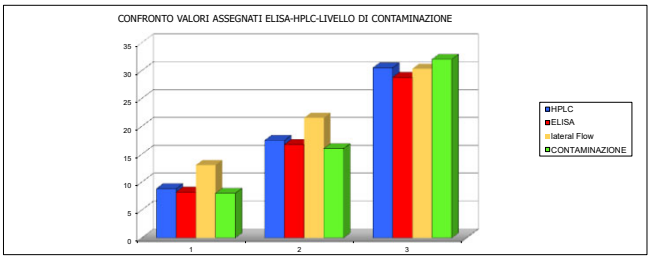


I LIMITI SONO STABILITI DALLA MEDIA PROGRESSIVA CALCOLATA DAL 2006 AL 2020, RIFERITO A TUTTI I METODI E TUTTI I LIVELLI DI AFLATOSSINA M1 (5-80ng/kg)

RING TEST
AFLATOSSINA B1
RTB1 220322

CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' MARZO 2022

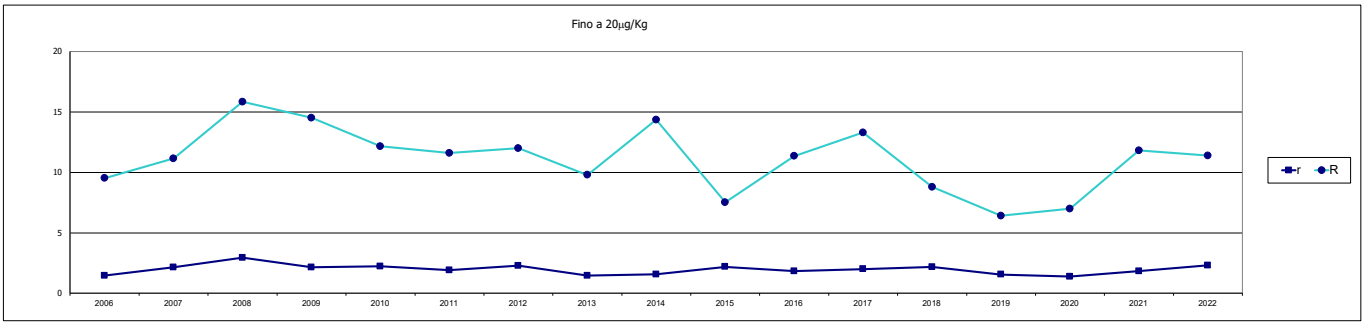
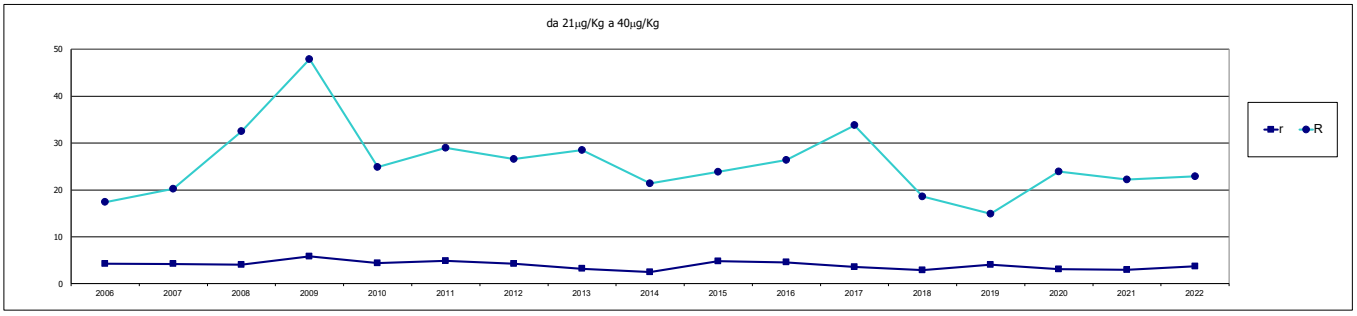
	HPLC	ELISA	Lateral Flow	LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
Campione	**media**	**media**	**media**	
1	0,2	1,1	0,8	NEGATIVO
2	8,8	8,2	13,1	8
3	17,5	16,7	21,5	16
4	30,5	28,8	30,3	32



VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA: RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2022

	S_r	S_R	r	R
fino a 20 µg/Kg	0,72	4,07	2,03	11,50
da 21 a 40 µg/Kg	1,45	9,60	4,11	27,17

LEGENDA

r	ripetibilita'
R	riproducibilità
S_r	scarto tipo della ripetibilità
S_R	scarto tipo della riproducibilità

ANDAMENTO RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2022