



A.I.A.

**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail isl@aia.it

**RING TEST AFLATOSSINA B1
NEL MAIS
SETTEMBRE 2011**

PROGRAMMA **D**ATI **A**nalisi **M**etodi **O**rganizzazione **C**onfronti **L**aboratori **E**sperti



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI

Laboratorio Standard Latte

RING TEST AFLATOSSINA B1 – SETTEMBRE 2011

INDICE

Elenco laboratori	pag. 3
Valutazione Ring Test	pag. 4
HPLC	pag.10
ELISA	pag.15
ELISA ed HPLC	pag.20
ELISA confrontato con val. rif. HPLC.....	pag.25
Grafico di confronto.....	pag.29



RING TEST AFLATOSSINA B1 NEL MAIS Settembre 2011

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

- 1 AGRICOLA TRE VALLI
- 2 APA POTENZA
- 3 ASSAM
- 4 ARA SARDEGNA
- 5 ARA VENETO
- 6 BRAVA SRL
- 7 CEFIT
- 8 CENTRO ANALISI CAIM
- 9 CORFILAC
- 10 EUROQUALITY
- 11 IZS FOGGIA
- 12 IZS SASSARI
- 13 LABORATORIO REGIONAL DE VETERINARIA - AÇORES
- 14 LABORATORIO ANALISI SETTIMELLI
- 15 METRALAB SRL
- 16 SAGEM
- 17 STUDIO ASSOCIATO FREGNI E FERRARI
- 18 LABORATORIO STANDARD LATTE

Laboratori partecipanti	19
Sessioni di lavoro per HPLC	12
Sessioni di lavoro per ELISA	7
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	27 settembre
Data indicata per l'invio dei risultati	14 ottobre 2011
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	80%
Ultimi risultati ricevuti	18 ottobre 2011
Invio delle elaborazioni statistiche	08 novembre
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	41
Responsabile dell'elaborazione	Castellano Luciana



A.I.A.

Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

VALUTAZIONE DEL RING TEST

Nella descrizione della valutazione del Ring Test sarà seguita l'impaginazione del documento. L'argomento trattato sarà indicato dal nome o riferimento alla tabella.

➤ **Ordinamento laboratori**

Nella tabella è riportato l'ordinamento dei laboratori ottenuto dal calcolo della distanza euclidiana secondo la seguente formula:

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

Dove:

D = distanza euclidiana dall'origine degli assi ;

m diff = differenza tra la media dei risultati del laboratorio ed il valore di riferimento;

st = scarto tipo delle differenze tra i singoli risultati del laboratorio e i singoli valori di riferimento.

La differenza dal valore di riferimento (m diff) e lo scarto tipo delle differenze (st) sono rilevabili nelle tabelle che riportano i risultati analitici.

Per monitorare nel tempo i propri risultati ottenuti nei singoli Ring Test, si dovrebbe riportare la percentuale dell'ordinamento (terza colonna del riquadro di ogni analita) su una carta di controllo.

➤ **Tabelle riportanti i risultati**

Lo Z Score è calcolato mediante la seguente formula:

$$ZS = \frac{m-VAL \ RIF}{st}$$

Dove: m = media dei risultati di analisi di ogni laboratorio

VAL RIF = valore di riferimento (mediana)

st = scarto tipo o deviazione standard dalla media

Come riportato nella pubblicazione "The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories (Pure & Appl. Chem. Vol. 65, n. 9 pp 2123 – 2144, 1993) è possibile la seguente classificazione:

$Z < 2$	Soddisfacente
$2 < Z < 3$	Dubbio
$Z > 3$	Insoddisfacente

In altri termini, i laboratori compresi tra 0 e 1 di ZS sono nella situazione auspicabile. Quelli compresi nella fascia tra 1 e 2 hanno una posizione soddisfacente. I laboratori compresi tra 2 e 3 sono nella fascia di allarme e quelli posti oltre il 3 sono "fuori controllo".

Sono stati calcolati i singoli ZS per ogni campione. La valutazione di cui sopra dovrebbe essere applicata per ogni singolo campione.

➤ **Grafico della dispersione dei risultati in base allo scarto tipo delle differenze (st diff) e differenza dalla media di riferimento (m diff).**

Sull'asse delle ordinate sono riportati gli scarti tipo delle differenze (st diff) e su quello delle ascisse sono riportate le differenze della media del laboratorio dal valore di riferimento (m diff).



Associazione Italiana Allevatori

Laboratorio Standard Latte

LEGENDA

La pagina seguente riporta una tabella come esempio di elaborazione dei risultati di analisi di un Ring Test secondo il nuovo standard adottato dal nostro laboratorio ad iniziare dal mese di agosto 2001.

La comprensione della legenda risulterà agevolata se si consulterà contemporaneamente il testo e la tabella.

1. Numero di identificazione del laboratorio che viene assegnato ad ogni Ring Test. La chiave identificativa è riportata in calce all'elenco dei laboratori partecipanti.
2. Numero identificativo dei campioni. Sequenzialmente è riportata la prima e la seconda ripetizione di analisi.
3. Media delle ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi.
4. Nel riquadro che è stampato in tutte le pagine, sono riportate: la media aritmetica (Media), il valore minimo (Min), quello massimo (Max), lo scarto tipo (st) e il valore di riferimento (Val Rif). Quest'ultimo è rappresentato dalla mediana ed è considerato il valore "vero" a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti. Sia nel calcolo della media che nel calcolo della mediana non sono considerati i laboratori che presentano anche un solo valore outlier per non influenzare negativamente con l'apporto di sottostime o sovrastime la media e la mediana. Nell'ultima riga sono riportati i valori calcolati sulle medie dei laboratori.
5. Laboratorio che presenta uno o più risultati outlier al test di Grubbs e/o Cochran in grassetto (vedi tabella Ripetibilità – Riproducibilità – Outlier specifica per ogni analita). Detti risultati sono stati elaborati a parte.
6. Risultato mancante, sostituito con il corrispondente valore della mediana, al fine di poter calcolare lo Z Score della media dei risultati. Le cifre sono inserite in un riquadro.

7. Per memoria si ricorda la formula dello ZS: *risultato lab – valore riferimento / scarto tipo dei risultati considerati*. In questa parte della tabella sono riportati i risultati del calcolo dello Z Score:
- calcolato per singolo campione (ZS CAMP);
 - calcolato con la media del laboratorio meno la media del valore di riferimento (mediana) e lo scarto tipo (st) delle medie di tutti i laboratori (ZS LAB);
8. In questa parte della tabella sono riportate:
- la differenza di ogni singolo campione dal valore di riferimento riportato nel riquadro (v. punto 4);
 - la media aritmetica delle singole differenze (m diff);
 - lo scarto tipo delle differenze (st diff)
 - la distanza euclidiana (D) o distanza dagli assi ed è calcolata come radice quadrata della somma dei quadrati di m diff e st diff. Utilizzando il valore di "D" è possibile ottenere un ordinamento dei laboratori.
9. In questa parte della tabella sono riportati:
- lo slope o pendenza della retta (SLOPE);
 - il bias o intercetta (BIAS);
 - la correlazione (CORR).

Per il calcolo si utilizzano i risultati dei singoli laboratori e il Valore di Riferimento riportato nel riquadro (v. punto 4).



RING TEST DI

CONTENUTO IN

1 → 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13

2 {

1	2,39	2,53	2,58	2,55	2,50	2,54	2,45	2,45	2,50	2,56	2,56	2,56	2,52
2	3,79	3,97	3,98	3,93	3,84	3,97	3,94	3,94	3,91	3,99	3,99	3,99	3,98
3	3,56	3,51	3,53	3,42	3,44	3,54	3,40	3,40	3,49	3,58	3,58	3,58	3,56
4	3,44	3,53	3,48	3,38	3,43	3,49	3,36	3,36	3,46	3,53	3,53	3,53	3,51
1	2,38	2,55	2,57	2,56	2,50	2,55	2,42	2,42	2,49	2,52	2,52	2,52	2,52
2	3,78	4,00	3,97	3,90	3,84	3,98	3,85	3,85	3,91	4,02	4,02	4,02	3,95
3	3,55	3,53	3,51	3,42	3,45	3,54	3,37	3,37	3,49	3,55	3,55	3,55	3,55
4	3,43	3,50	3,50	3,39	3,43	3,50	3,30	3,30	3,46	3,52	3,52	3,52	3,51

4

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

3 {

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL RIF
1	2,385	2,540	2,575	2,555	2,500	2,545	2,435	2,435	2,540	2,540	2,540	2,540	2,520	2,512	2,385	2,575	0,057	2,540
2	3,785	3,985	3,975	3,915	3,840	3,975	3,895	3,895	3,910	4,005	4,005	4,005	3,965	3,935	3,785	4,005	0,069	3,965
3	3,555	3,520	3,520	3,420	3,445	3,540	3,385	3,385	3,490	3,565	3,565	3,565	3,555	3,501	3,385	3,565	0,069	3,520
4	3,435	3,515	3,490	3,385	3,430	3,495	3,330	3,330	3,460	3,525	3,525	3,525	3,510	3,458	3,330	3,525	0,071	3,490
m lab	3,290	3,390	3,390	3,319	3,304	3,389	3,261	3,261	3,350	3,409	3,409	3,409	3,388	3,351	3,261	3,409	0,057	3,388

6

Z SCORE CALCOLATO CON VALORE DI RIFERIMENTO

7 {

ZS CAMP,1	-2,718	0,000	0,614	0,263	-0,701	0,088	-1,841	-1,841	0,000	0,000	0,000	0,000	-0,351
ZS CAMP,2	-2,611	0,290	0,145	-0,725	-1,813	0,145	-1,015	-1,015	-0,798	0,580	0,580	0,580	0,000
ZS CAMP,3	0,507	0,000	0,000	-1,450	-1,087	0,290	-1,957	-1,957	-0,435	0,652	0,652	0,652	0,507
ZS CAMP,4	-0,770	0,350	0,000	-1,470	-0,840	0,070	-2,240	-2,240	-0,420	0,490	0,490	0,490	0,280
ZS LAB	-1,712	0,044	0,044	-1,207	-1,471	0,022	-2,217	-2,217	-0,659	0,373	0,373	0,373	0,000

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO CALCOLATO

8 {

1	-0,155	0,000	0,035	0,015	-0,040	0,005	-0,105	-0,105	0,000	0,000	0,000	0,000	-0,020
2	-0,180	0,020	0,010	-0,050	-0,125	0,010	-0,070	-0,070	-0,055	0,040	0,040	0,040	0,000
3	0,035	0,000	0,000	-0,100	-0,075	0,020	-0,135	-0,135	-0,030	0,045	0,045	0,045	0,035
4	-0,055	0,025	0,000	-0,105	-0,060	0,005	-0,160	-0,160	-0,030	0,035	0,035	0,035	0,020
m diff	-0,089	0,011	0,011	-0,060	-0,075	0,010	-0,118	-0,118	-0,029	0,030	0,030	0,030	0,009
st diff	0,099	0,013	0,017	0,056	0,036	0,007	0,039	0,039	0,022	0,020	0,020	0,020	0,024
D	0,133	0,017	0,020	0,082	0,083	0,012	0,124	0,124	0,037	0,036	0,036	0,036	0,025

9

SLOPE	0,955	0,986	1,022	1,061	1,055	0,995	0,987	0,987	1,038	0,970	0,970	0,970	0,977
BIAS	0,238	0,035	-0,086	-0,143	-0,106	0,006	0,161	0,161	-0,099	0,074	0,074	0,074	0,068
CORREL.	0,988	1,000	1,000	0,997	1,000	1,000	0,998	0,998	1,000	1,000	1,000	1,000	0,999



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI LABORATORIO STANDARD LATTE

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:

- ILAC - G13: 2007 (Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency testing schemes);
- ISO 5725 – 2: 1994 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 2;
- Pure & Appl. Chem. Vol. 65, n°9 pp.2123-2144, 1993 (The International harmonized protocol for the proficiency testing of analytical laboratories);
- FIL/IDF 135 B: 1991 (Precision characteristics of analytical methods-outline of collaborative study procedure;
- ISO-IEC Guide 43-1 del 1997 (Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of Proficiency testing schemes).

Il Laboratorio Standard Latte dell'AIA ha il Sistema di Gestione per la Qualità certificato conforme alla Norma UNI EN ISO 9001-2008 dalla CSQA con il seguente scopo: Progettazione, preparazione e commercializzazione di materiali di riferimento certificati nel settore lattiero-caseario. Progettazione, organizzazione e realizzazione di prove valutative interlaboratorio.

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)



**RING TEST
AFLOATOSSINA B1
SETTEMBRE '11**

HPLC

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	LAB	D	%
1	3	0,663	8%
2	5	1,296	17%
3	18	1,343	25%
4	4	1,431	33%
5	11	2,065	42%
6	17	3,500	50%
7	9	7,162	58%
8	6	7,506	67%
9	16	8,313	75%
10	15	8,692	83%
11	8	11,106	92%
12	10	11,893	100%

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

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

I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore di riferimento



Unità di misura: µg/kg (ppb)

LAB	3	4	5	6	8	9	10	11	15	16	17	18
1	0,00	N.R.	< 1,5	<0,05	<0,4	< 0,1	< 0,04	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1
2	20,24	20,90	19,68	15,90	28,40	22,30	15,28	21,60	25,43	8,23	25,19	18,43
3	8,01	6,99	7,78	5,34	10,10	10,80	7,05	8,50	10,13	6,52	9,63	8,41
4	38,08	37,02	40,43	28,40	53,20	49,80	23,61	36,70	52,34	36,75	41,92	39,38
1	0,00	N.R.	< 1,5	<0,05	<0,4	< 0,1	< 0,04	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1
2	20,92	19,75	19,36	16,30	29,20	23,10	16,55	22,10	25,22	7,28	25,39	19,33
3	8,35	7,72	7,53	5,74	10,30	11,20	5,95	8,40	10,21	6,84	9,50	9,08
4	38,24	37,12	40,71	27,70	56,60	50,20	18,60	36,40	51,76	37,94	42,19	40,84

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 1, CAMPIONE NEGATIVO, NON E' STATA EFFETUATA

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	3	4	5	6	8	9	10	11	15	16	17	18	MEDIA	MIN	MAX	DS	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
1	0,00	N.R.	< 1,5	<0,05	<0,4	< 0,1	< 0,04	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1						17 8 35
2	20,58	20,33	19,52	16,10	28,80	22,70	15,92	21,85	25,33	7,76	25,29	18,88	20,25	7,76	28,80	5,46	20,45	
3	8,18	7,36	7,66	5,54	10,20	11,00	6,50	8,45	10,17	6,68	9,56	8,75	8,34	5,54	11,00	1,68	8,32	
4	38,16	37,07	40,57	28,05	54,90	50,00	21,11	36,55	52,05	37,35	42,06	40,11	39,83	21,11	54,90	9,55	39,14	
m lab	22,31	21,58	22,58	16,56	31,30	27,90	14,51	22,28	29,18	17,26	25,64	22,58	22,81	14,51	31,30	5,11	22,44	

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	3	4	5	6	8	9	10	11	15	16	17	18
ZS CAMP 2	0,023	-0,023	-0,171	-0,798	1,530	0,412	-0,832	0,256	0,893	-2,327	0,887	-0,288
ZS CAMP 3	-0,080	-0,572	-0,393	-1,653	1,123	1,599	-1,081	0,080	1,105	-0,974	0,743	0,256
ZS CAMP 4	-0,102	-0,216	0,150	-1,161	1,652	1,138	-1,889	-0,271	1,353	-0,188	0,306	0,102
ZS LAB	-0,027	-0,168	0,027	-1,150	1,733	1,068	-1,552	-0,031	1,318	-1,014	0,625	0,027

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	3	4	5	6	8	9	10	11	15	16	17	18
2	0,127	-0,128	-0,933	-4,353	8,348	2,248	-4,538	1,398	4,873	-12,698	4,839	-1,573
3	-0,135	-0,960	-0,660	-2,775	1,885	2,685	-1,815	0,135	1,855	-1,635	1,248	0,430
4	-0,975	-2,065	1,435	-11,085	15,765	10,865	-18,030	-2,585	12,915	-1,790	2,923	0,975
m diff	-0,328	-1,051	-0,052	-6,071	8,666	5,266	-8,128	-0,351	6,548	-5,374	3,003	-0,056
st diff	0,576	0,972	1,295	4,413	6,945	4,854	8,683	2,035	5,717	6,343	1,797	1,341
D	0,663	1,431	1,296	7,506	11,106	7,162	11,893	2,065	8,692	8,313	3,500	1,343
SLOPE	0,970	0,958	1,073	0,723	1,446	1,282	0,457	0,901	1,365	1,045	1,041	1,028
BIAS	0,350	-0,109	-1,703	0,206	-1,426	-1,116	4,156	1,886	-1,712	-6,387	2,073	-0,683
CORREL.	1,000	0,999	0,999	0,996	1,000	0,994	0,959	0,995	0,999	0,932	0,995	0,997
CORREL.	0,999	0,994	0,965	0,989	0,999	0,992	0,996	0,981	0,986	0,983	0,985	0,992

* CONTAMINAZIONE: LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	LAB OUT
1	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	
2	7	15,54	3,92	17,04	1,38	6,02	8,90	38,74	37,71		
3	6	5,89	1,01	9,88	0,36	3,49	6,05	59,27	58,96		!
4	6	26,43	5,92	42,48	2,09	15,01	7,91	56,79	56,23		

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	13	12,18	8,49	Outlier per Test di Cochran

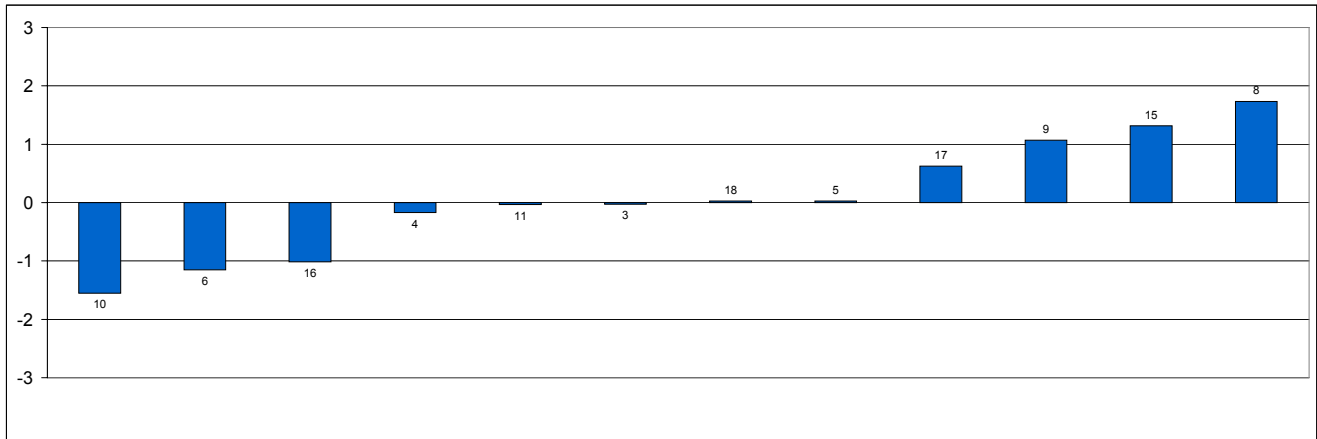
LEGENDA

r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproduzione
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori

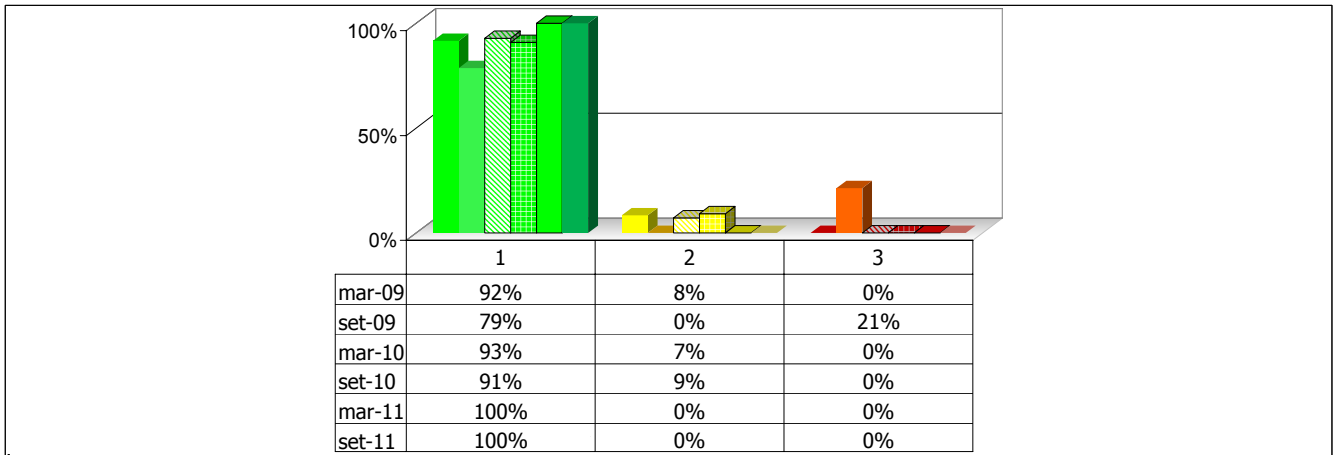


HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



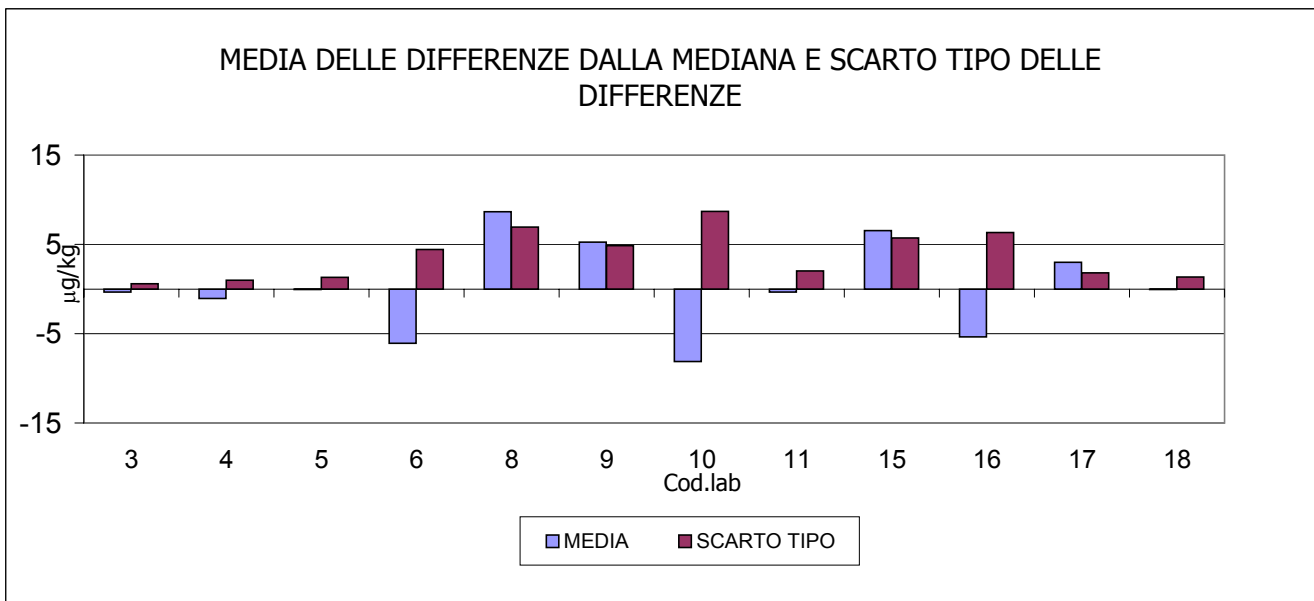
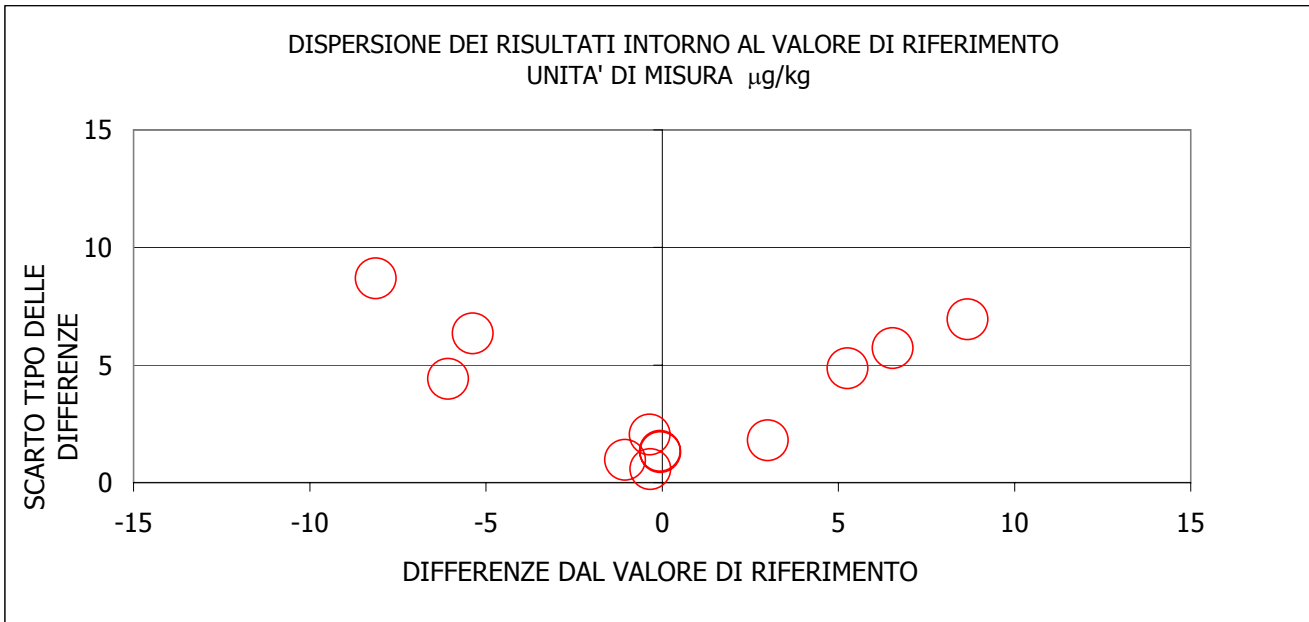
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

HPLC



Unità di misura: µg/kg (ppb)

	1	2	7	12	13	14	19
1	21,00	0,00	0,40	<1	0,00	<1	1,25
2	8,22	17,50	9,70	15,01	23,21	24,00	13,10
3	4,91	0,00	8,00	6,47	12,18	11,00	5,43
4	27,20	45,30	0,30	27,47	33,15	>40	26,67
1	21,00	0,00	0,00	<1	0,00	<1	1,25
2	8,31	16,20	8,40	16,62	18,78	25,00	13,54
3	4,98	0,00	7,50	6,47	8,49	10,00	5,95
4	20,69	46,90	1,20	27,47	35,41	>40	25,40

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 1, CAMPIONE NEGATIVO, NON E' STATA EFFETUATA

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	7	12	13	14	19	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
1	21,00	0,00	0,20	<1	0,00	<1	1,25						17 8 35
2	8,27	16,85	9,05	15,82	21,00	24,50	13,32	15,54	8,27	24,50	5,94	15,82	
3	4,95	0,00	7,75	6,47	10,34	10,50	5,69	5,89	0,00	10,50	3,48	6,08	
4	23,95	46,10	0,75	27,47	34,28	26,75	26,04	26,43	0,75	46,10	14,94	26,75	
m lab	12,39	20,98	5,85	16,59	21,87	17,50	15,02	16,57	5,85	27,64	6,80	16,59	

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	7	12	13	14	19
ZS CAMP 2	-1,272	0,173	-1,139	-0,001	0,871	1,461	-0,421
ZS CAMP 3	-0,326	-1,745	0,479	0,112	1,221	1,269	-0,112
ZS CAMP 4	-0,188	1,296	-1,741	0,048	0,504	0,000	-0,048
ZS LAB	-0,618	0,646	-1,579	-0,001	0,776	0,134	-0,232

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	7	12	13	14	19
2	-7,555	1,030	-6,770	-0,005	5,175	8,680	-2,500
3	-1,135	-6,080	1,670	0,390	4,255	4,420	-0,390
4	-2,805	19,350	-26,000	0,720	7,530	0,000	-0,715
m diff	-3,832	4,767	-10,367	0,368	5,653	4,367	-1,202
st diff	3,331	13,120	14,181	0,363	1,689	4,340	1,136
D	5,077	13,959	17,566	0,517	5,900	6,157	1,654
SLOPE	0,930	2,239	-0,347	1,017	1,160	0,774	0,988
BIAS	-2,691	-15,331	11,480	0,093	3,065	8,025	-1,006
CORREL.	0,947	0,993	-0,804	1,000	1,000	0,910	0,994

*CONTAMINAZIONE: LIVELLO IDEALE DI CONTAMINAZIONE



**RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11**

ELISA

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	LAB	D	%
1	12	0,517	14%
2	19	1,654	29%
3	1	5,077	43%
4	13	5,900	57%
5	14	6,157	71%
6	2	13,959	86%
7	7	17,566	100%

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

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

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

I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore di riferimento



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	LAB OUT
1	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	
2	7	15,54	3,92	17,04	1,38	6,02	8,90	38,74	37,71		
3	6	5,89	1,01	9,88	0,36	3,49	6,05	59,27	58,96		!
4	6	26,43	5,92	42,48	2,09	15,01	7,91	56,79	56,23		

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	5,00	12,18	8,49	Outlier per Test di Cochran

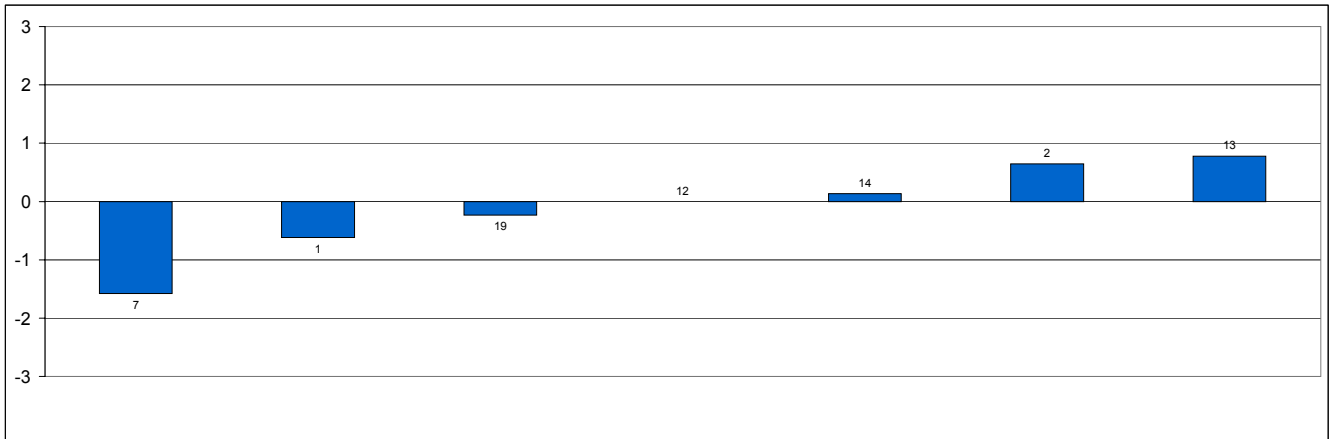
LEGENDA

r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproduzione
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori

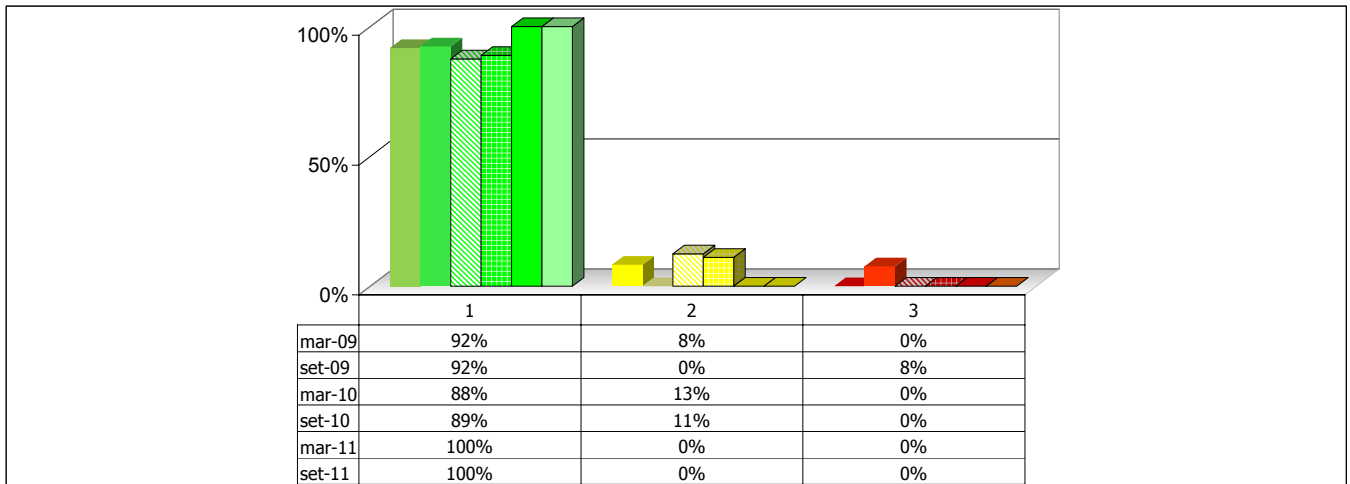


ELISA - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



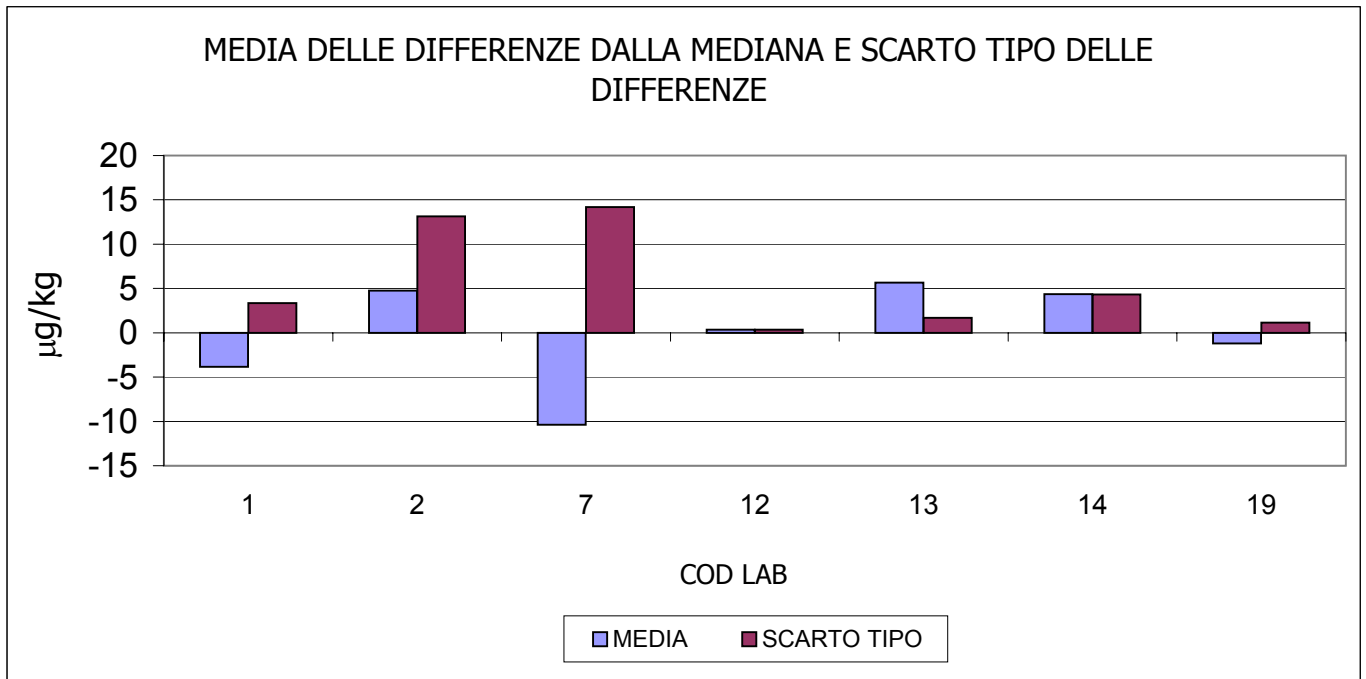
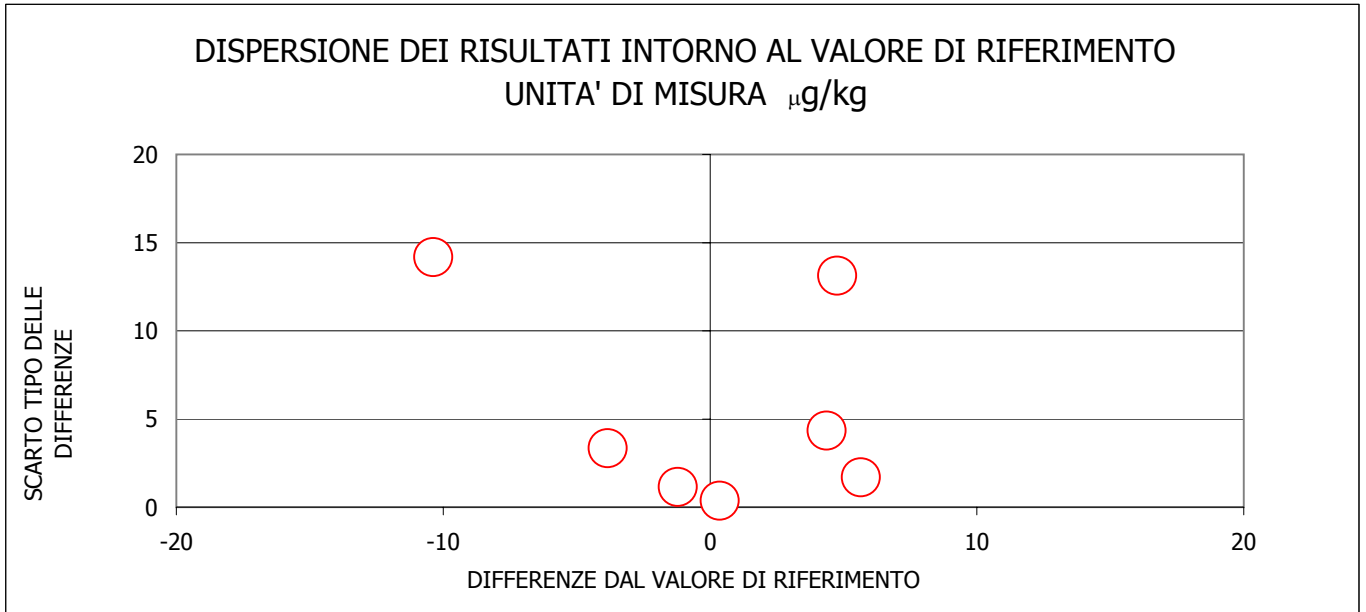
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA





**RING TEST
AFLOATOSSINA B1
SETTEMBRE '11**

ELISA





RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA ED HPLC

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	LAB	D	%
1	4	0,825	5%
2	3	1,040	11%
3	11	1,895	16%
4	18	2,019	21%
5	5	2,230	26%
6	13	3,039	32%
7	14	3,783	37%
8	17	4,790	42%
9	6	6,125	47%
10	12	6,515	53%
11	16	7,588	58%
12	19	7,844	63%
13	2	8,479	68%
14	9	8,489	74%
15	15	10,072	79%
16	1	10,544	84%
17	10	10,593	89%
18	8	12,506	95%
19	7	24,406	100%

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

LEGENDA:

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

dove: **m diff** = m lab - valore di riferimento;

st = scarto tipo delle differenze

I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore di riferimento

ELISA ED HPLC

Unità di misura: µg/kg (ppb)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
1	21,00	0,00	0,00	N.R.	< 1,5	<0,05	0,40	<0,4	< 0,1	< 0,04	0,00	<1	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1	<0,1	1,25
2	8,22	17,50	20,24	20,90	19,68	15,90	9,70	28,40	22,30	15,28	21,60	15,01	23,21	24,00	25,43	8,23	25,19	18,43	13,10
3	4,91	0,00	8,01	6,99	7,78	5,34	8,00	10,10	10,80	7,05	8,50	6,47	12,18	11,00	10,13	6,52	9,63	8,41	5,43
4	27,20	45,30	38,08	37,02	40,43	28,40	0,30	53,20	49,80	23,61	36,70	27,47	33,15	>40	52,34	36,75	41,92	39,38	26,67
1	21,00	0,00	0,00	N.R.	< 1,5	<0,05	0,00	<0,4	<0,1	< 0,04	0,00	<1	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1	<0,1	1,25
2	8,31	16,20	20,92	19,75	19,36	16,30	8,40	29,20	23,10	16,55	22,10	16,62	18,78	25,00	25,22	7,28	25,39	19,33	13,54
3	4,98	0,00	8,35	7,72	7,53	5,74	7,50	10,30	11,20	5,95	8,40	6,47	8,49	10,00	10,21	6,84	9,50	9,08	5,95
4	20,69	46,90	38,24	37,12	40,71	27,70	1,20	56,60	50,20	18,60	36,40	27,47	35,41	>40	51,76	37,94	42,19	40,84	25,40

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 1, CAMPIONE NEGATIVO, NON E' STATA EFFETUATA

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	MEDIA	MIN	MAX	DS	VAL. RIF
1	21,00	0,00	0,00	-	< 1,5	<0,05	0,20	<0,4	< 0,1	< 0,04	0,00	<1	0,00	<1	< 0,16	n.r.	<0,1	<0,1	1,25	18,38	7,76	28,80	6,09	19,20
2	8,27	16,85	20,58	20,33	19,52	16,10	9,05	28,80	22,70	15,92	21,85	15,82	21,00	24,50	25,33	7,76	25,29	18,88	13,32	7,52	0,00	11,00	2,61	7,70
3	4,95	0,00	8,18	7,36	7,66	5,54	7,75	10,20	11,00	6,50	8,45	6,47	10,34	10,50	10,17	6,68	9,56	8,75	5,69	35,36	0,75	54,90	12,92	37,21
4	23,95	46,10	38,16	37,07	40,57	28,05	0,75	54,90	50,00	21,11	36,55	27,47	34,28	37,21	52,05	37,35	42,06	40,11	26,04	20,86	5,85	34,28	6,97	21,58
m lab	12,39	20,98	22,31	21,58	22,58	16,56	5,85	31,30	27,90	14,51	22,28	16,59	21,87	17,50	29,18	17,26	25,64	22,58	15,02					

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
ZS CAMP 2	-1,795	-0,386	0,227	0,185	0,053	-0,509	-1,666	1,576	0,575	-0,539	0,435	-0,556	0,295	0,870	1,005	-1,879	1,000	-0,053	-0,965
ZS CAMP 3	-1,058	-2,954	0,183	-0,133	-0,018	-0,829	0,018	0,958	1,265	-0,461	0,287	-0,473	1,010	1,073	0,946	-0,392	0,714	0,400	-0,772
ZS CAMP 4	-1,027	0,688	0,074	-0,011	0,260	-0,709	-2,823	1,370	0,990	-1,247	-0,051	-0,754	-0,227	0,000	1,149	0,011	0,376	0,225	-0,865
ZS LAB	-1,320	-0,086	0,104	0,000	0,143	-0,720	-2,258	1,394	0,907	-1,016	0,100	-0,717	0,041	-0,586	1,090	-0,620	0,582	0,143	-0,943

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
2	-10,94	-2,35	1,38	1,13	0,32	-3,10	-10,15	9,60	3,50	-3,29	2,65	-3,39	1,80	5,30	6,13	-11,45	6,09	-0,32	-5,88
3	-2,76	-7,70	0,48	-0,35	-0,05	-2,16	0,05	2,50	3,30	-1,20	0,75	-1,23	2,63	2,80	2,47	-1,02	1,86	1,04	-2,01
4	-13,26	8,89	0,95	-0,14	3,36	-9,16	-36,46	17,69	12,79	-16,10	-0,66	-9,74	-2,93	0,00	14,84	0,14	4,85	2,90	-11,17
m diff	-8,985	-0,387	0,937	0,213	1,212	-4,807	-15,520	9,930	6,530	-6,863	0,913	-4,785	0,500	2,700	7,812	-4,110	4,267	1,208	-6,355
st diff	5,517	8,470	0,451	0,796	1,872	3,797	18,836	7,603	5,424	8,069	1,660	4,422	2,998	2,650	6,358	6,379	2,175	1,618	4,598
D	10,544	8,479	1,040	0,825	2,230	6,125	24,406	12,506	8,489	10,593	1,895	6,515	3,039	3,783	10,072	7,588	4,790	2,019	7,844
SLOPE	0,664	1,568	1,013	1,000	1,120	0,754	-0,257	1,509	1,339	0,477	0,940	0,706	0,805	0,888	1,425	1,093	1,086	1,073	0,691
BIAS	-1,805	-12,523	0,668	0,207	-1,359	0,447	11,342	-0,952	-0,714	4,319	2,188	1,497	4,666	5,101	-1,273	-6,090	2,423	-0,358	0,248
CORREL	0,973	1,000	1,000	0,999	0,999	0,996	-0,856	1,000	0,995	0,958	0,995	0,998	0,998	0,988	1,000	0,934	0,994	0,997	1,000
CORREL	0,999	0,993	1,000	0,996	0,963	0,990	0,605	0,988	0,992	0,996	0,882	0,998	0,993	0,998	0,960	0,991	0,995	0,980	0,985



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA e HPLC

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: µg/kg (ppb)

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	LAB out
1	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	
2	18	18,38	1,78	17,29	0,63	6,11	3,41	33,23	33,06		!
3	18	7,52	0,99	7,41	0,35	2,62	4,64	34,82	34,51		!
4	18	35,36	4,57	36,69	1,62	12,97	4,57	36,67	36,38		

Laboratori outliers

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	2	13	23,21	18,78	Outlier per Test di Cochran
2	3	13	12,18	8,49	Outlier per Test di Cochran

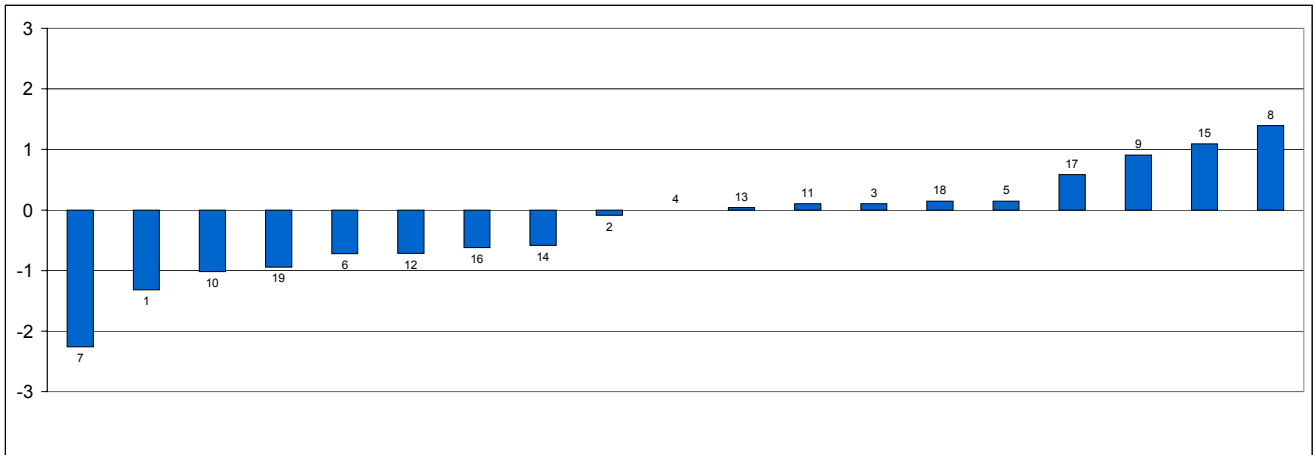
LEGENDA

r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori

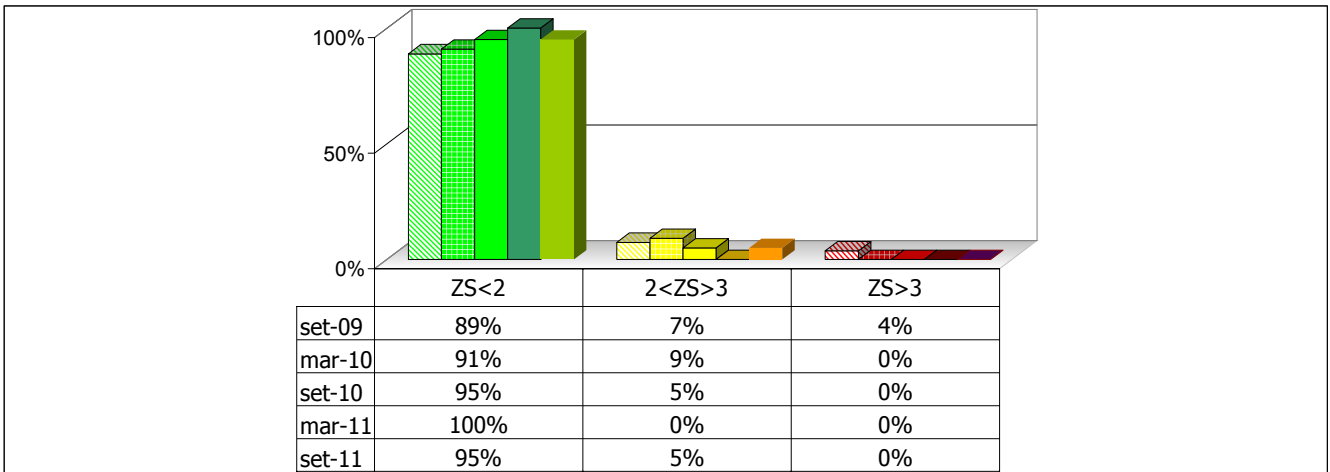


ELISA ED HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI

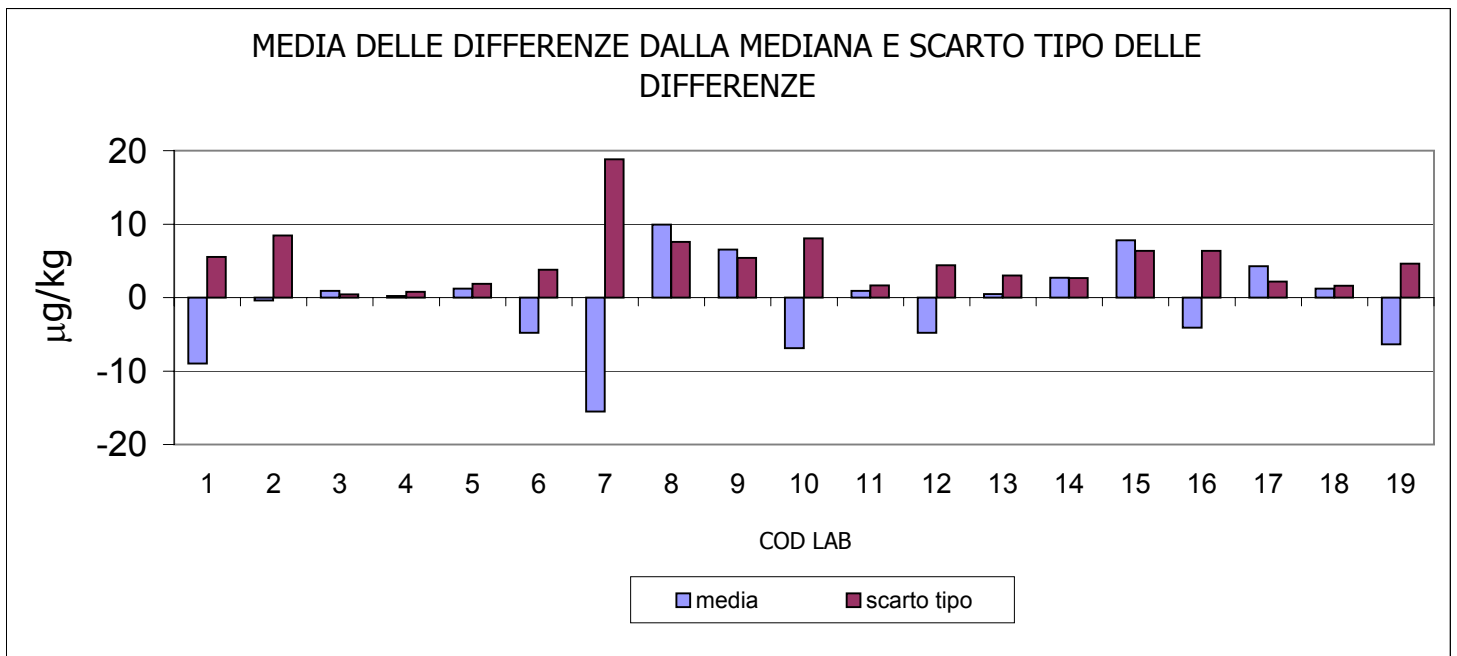
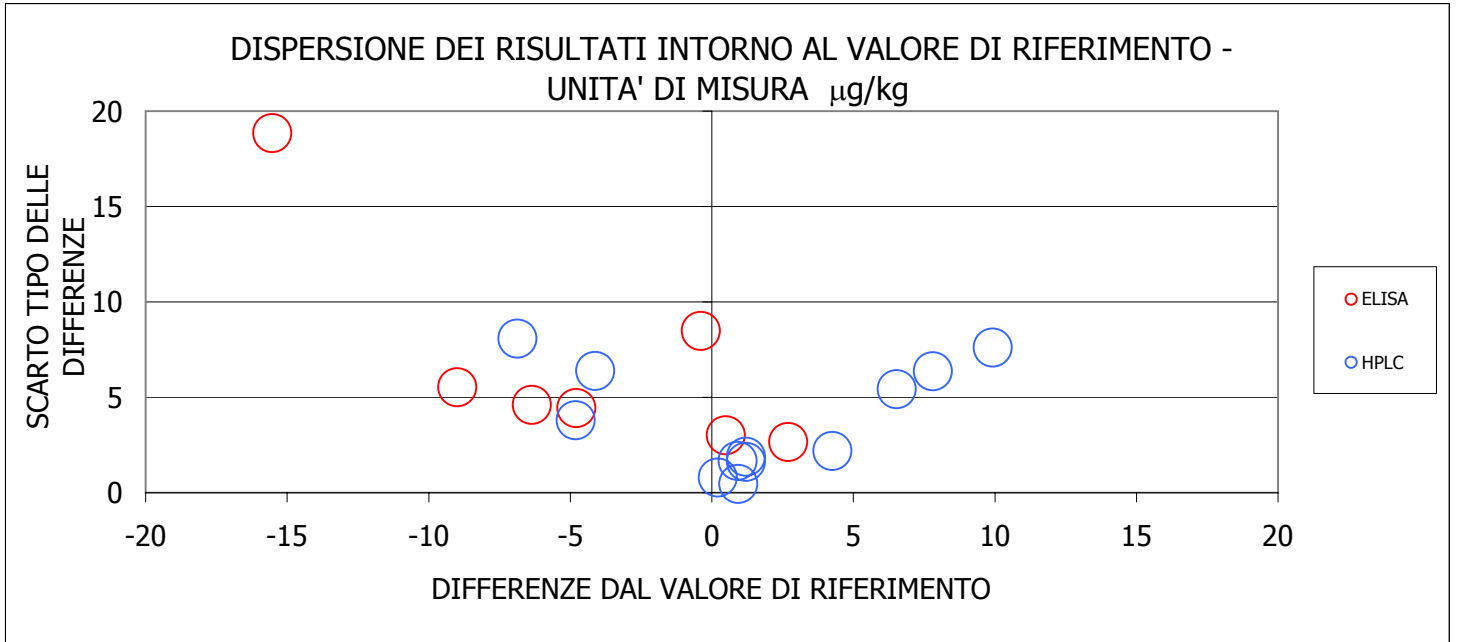


FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC





ELISA ED HPLC





**RING TEST
AFLOATOSSINA B1
SETTEMBRE '11**

ELISA CON VAL RIF HPLC

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	LAB	D	%
1	14	2,902	14%
2	13	3,702	29%
3	12	7,889	43%
4	2	7,995	57%
5	19	9,258	71%
6	1	11,952	86%
7	7	25,713	100%

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

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

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

I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore di riferimento



RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA CON VAL RIF HPLC

Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$ (ppb)

laboratori	1	2	7	12	13	14	19
1	21,00	0,00	0,40	<1	0,00	<1	1,25
2	8,22	17,50	9,70	15,01	23,21	24,00	13,10
3	4,91	0,00	8,00	6,47	12,18	11,00	5,43
4	27,20	45,30	0,30	27,47	33,15	>40	26,67
1	21,00	0,00	0,00	<1	0,00	<1	1,25
2	8,31	16,20	8,40	16,62	18,78	25,00	13,54
3	4,98	0,00	7,50	6,47	8,49	10,00	5,95
4	20,69	46,90	1,20	27,47	35,41	>40	25,40

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 1, CAMPIONE NEGATIVO, NON E' STATA EFFETUATA

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	7	12	13	14	19	MEDIA	MIN	MAX	ST HPLC	VAL. RIF HPLC
1	21,00	0,00	0,20	<1	0,00	<1	1,25					
2	8,27	16,85	9,05	15,82	21,00	24,50	13,32	15,54	8,27	24,50	5,46	20,45
3	4,95	0,00	7,75	6,47	10,34	10,50	5,69	5,89	0,00	10,50	1,68	8,32
4	23,95	46,10	0,75	27,47	34,28	39,14	26,04	26,43	0,75	46,10	9,55	39,14
m lab	12,39	20,98	5,85	16,59	21,87	17,50	15,02	16,57	5,85	27,64	5,11	22,44

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	7	12	13	14	19
ZS CAMP 2	-2,234	-0,660	-2,090	-0,850	0,099	0,742	-1,307
ZS CAMP 3	-2,007	-4,953	-0,337	-1,099	1,203	1,302	-1,564
ZS CAMP 4	-1,592	0,729	-4,022	-1,223	-0,509	0,000	-1,373
ZS LAB	-1,967	-0,285	-3,246	-1,146	-0,112	-0,967	-1,453

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

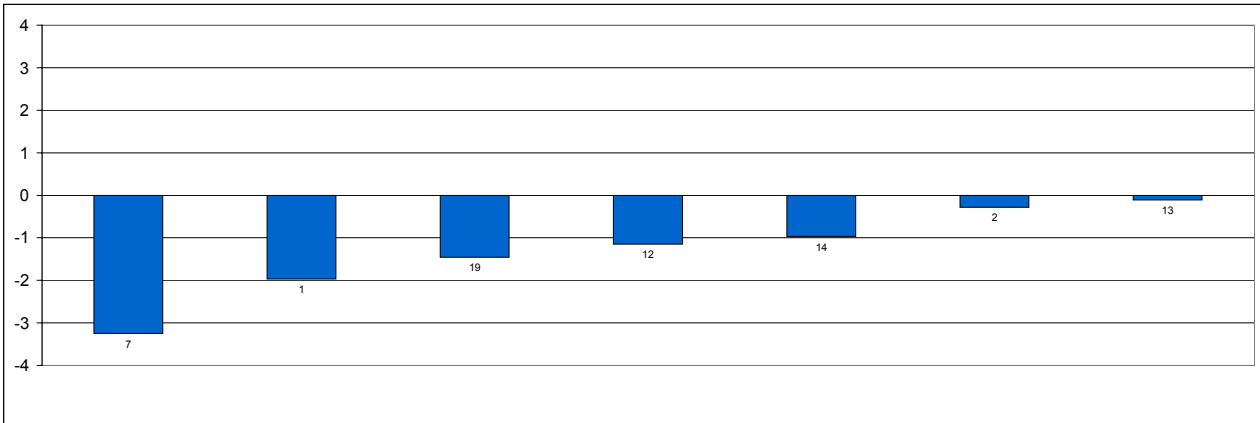
LAB	1	2	7	12	13	14	19
2	-12,188	-3,603	-11,403	-4,638	0,543	4,048	-7,133
3	-3,370	-8,315	-0,565	-1,845	2,020	2,185	-2,625
4	-15,195	6,960	-38,390	-11,670	-4,860	0,000	-13,105
m diff	-10,251	-1,653	-16,786	-6,051	-0,766	2,078	-7,621
st diff	6,146	7,822	19,479	5,063	3,622	2,026	5,257
D	11,952	7,995	25,713	7,889	3,702	2,902	9,258
SLOPE	0,635	1,501	-0,245	0,676	0,771	0,917	0,662
BIAS	-1,994	-13,003	11,406	1,274	4,413	3,961	0,036
CORREL.	0,972	0,999	-0,854	0,998	0,998	0,994	1,000



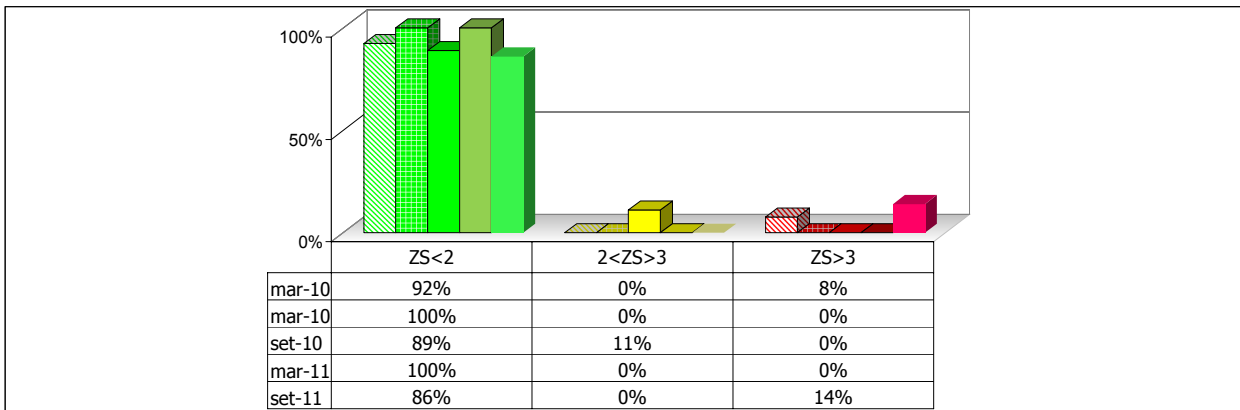
RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

ELISA CONFRONTATO CON VAL RIF HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI

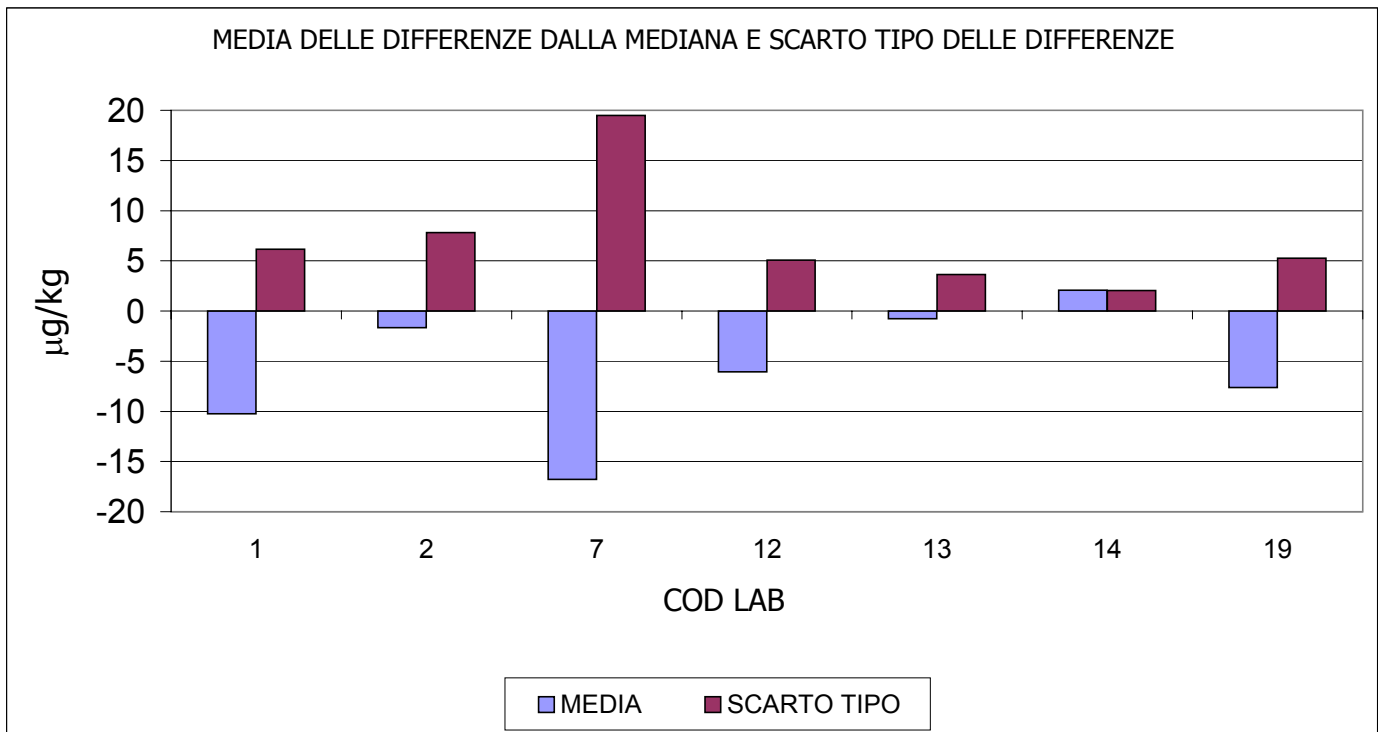
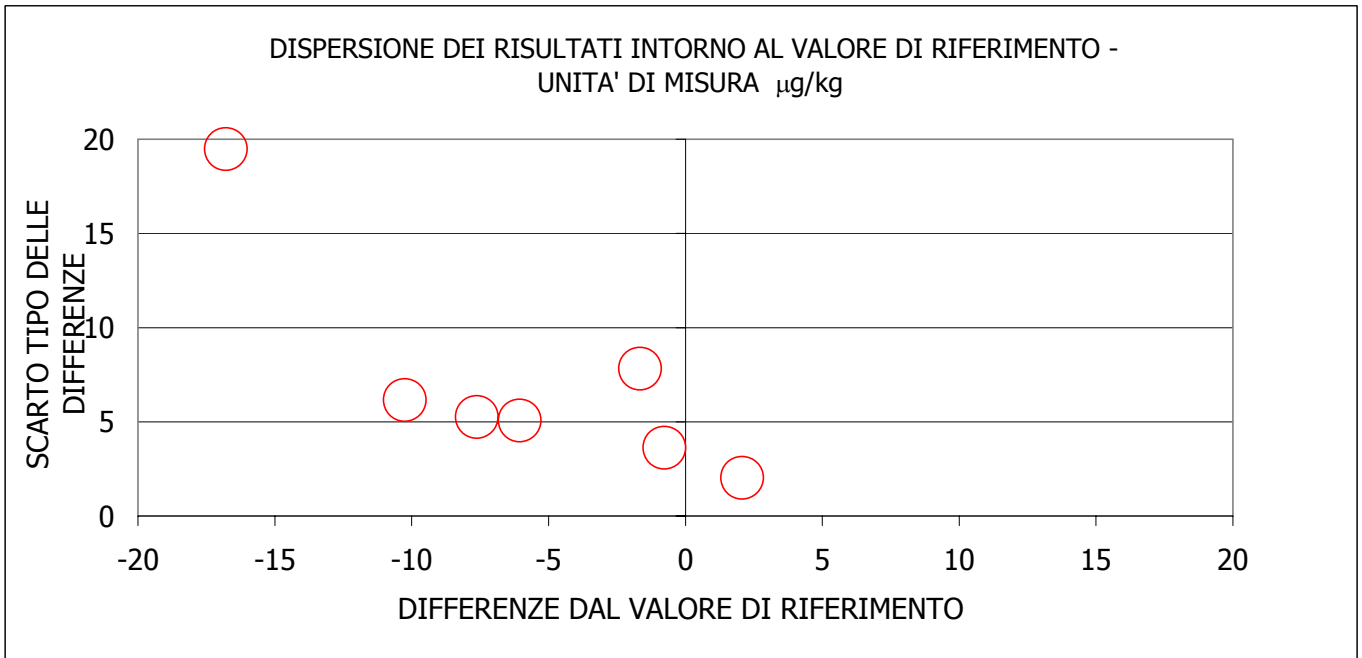


FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA CONFRONTATO CON VAL.RIF HPLC





ELISA CON VAL RIF HPLC



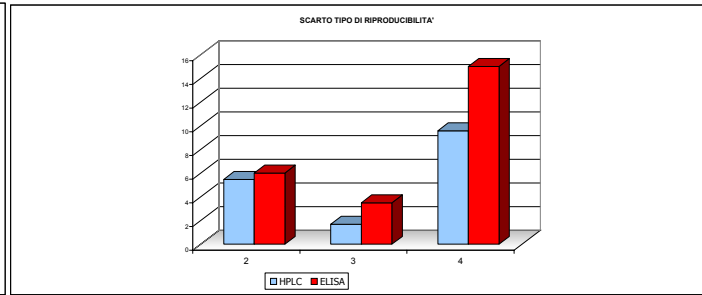
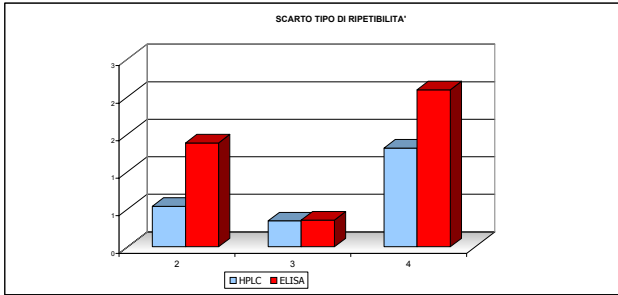


RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '11

CONFRONTO ELISA-HPLC RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' SETTEMBRE 2011

HPLC						
Campione	VAL	RIF	r	R	Sr	SR
2	20,45	1,53	15,48	0,54	5,47	
3	8,32	0,98	4,80	0,35	1,70	
4	39,14	3,72	27,14	1,32	9,59	

ELISA						
Campione	VAL	RIF	r	R	Sr	SR
2	15,82	3,92	17,04	1,38	6,02	
3	6,08	1,01	9,88	0,36	3,49	
4	26,75	5,92	42,48	2,09	15,01	



LEGENDA

r ripetibilità
R riproducibilità
Sr scarto tipo della ripetibilità
SR scarto tipo della riproducibilità

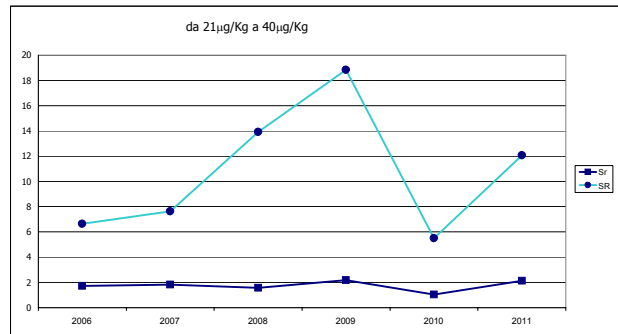
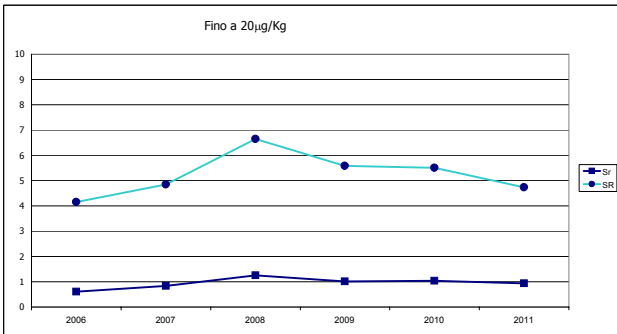
VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA 2006-2011

ELISA	S _r	S _R
fino a 20 µg/Kg	0,97	5,30
da 21 a 40 µg/Kg	1,78	11,74

HPLC	S _r	S _R
fino a 20 µg/Kg	0,55	3,57
da 21 a 40 µg/Kg	1,52	9,85

ANDAMENTO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2011

ELISA



HPLC

