



**Associazione Italiana Allevatori  
Laboratorio Standard Latte**

# PROGRAMMA

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

# RING TEST AFLATOSSINA B1

# SETTEMBRE 2014

LOTTO RTB1 230914

**VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA**  
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail [ls1@aia.it](mailto:ls1@aia.it)



**Associazione Italiana Allevatori  
Laboratorio Standard Latte**

**INDICE**

Indice.....	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del Ring Test.....	pag. 4
Valutazione del Ring Test .....	pag. 7
Elenco laboratori .....	pag. 8
Incertezza di misura.....	pag. 9
Confronto ELISA HPLC.....	pag.10
Ranking .....	pag.11
HPLC.....	pag.12
ELISA.....	pag.16
ELISA ed HPLC.....	pag.20
ELISA confrontato con il valore assegnato HPLC....	pag.24



## **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. 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)

**Il Laboratorio Standard Latte dell'AIA ha il Sistema di Gestione per la Qualità certificato conforme alla Norma UNI EN ISO 9001-2008 dal 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)



## Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

### GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEL RING TEST

La pagina seguente riporta una tabella come esempio di elaborazione dei risultati di analisi di un Ring Test.

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

1. Numero di identificazione del laboratorio che viene assegnato ad ogni Ring Test. La chiave identificativa viene comunicata via e-mail e deve essere 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 due ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi (m lab).
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 assegnato (Val Ass). Quest'ultimo è rappresentato dalla mediana ed è considerato il valore a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti. Nei calcoli eseguiti non sono considerati i campioni outlier.
5. I valori dei campioni outlier al test di Cochran e di Grubbs sono stampati in grassetto.
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. Valore di Z Score =  $\text{media dei risultati di analisi per laboratorio} - \text{VAL ASS} / \text{ST}$ , distinto in:
  - ✓ ZS CAMP = z score campione ottenuto utilizzando lo scarto tipo delle medie dei singoli campioni.
  - ✓ ZS LAB = z score laboratorio ottenuto utilizzando lo scarto tipo delle medie dei laboratori.



## Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

8. In questa parte dell'elaborato si riportano:
- ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato 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, calcolata come radice quadrata della somma dei quadrati di m diff e st diff.

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

9. In questa parte dell'elaborato si riportano:
- ✓ 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 Assegnato riportato nel riquadro (v. punto 4).

# HPLC

1

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
1	11,00	11,11	<5	11,00	15,17	12,52	7,78	8,61	9,99	10,19	9,74	8,74	N.Q < 10	< 6	13,72	7,760	
2	17,00	27,77	11,20	16,00	26,03	20,87	16,72	16,62	15,98	20,00	17,81	16,50	13,70	14,60	22,02	16,950	25,700
3	41,00	39,40	36,80	37,00	28,07	43,30	21,43	30,84	27,97	36,31	33,44	28,16	27,40	26,10	37,34	27,410	45,000
4	33,00	66,50	29,80	40,00	34,61	52,91	40,21	38,98	35,96	41,84	41,55	34,95	31,60	33,10	51,83	32,310	58,000
1	10,00	8,10	<5	15,00	12,78	12,82	7,91	8,55	9,99	10,39	10,06	9,71	N.Q < 10	< 6	15,38	7,230	13,000
2	16,00	27,20	11,40	19,00	21,89	21,07	16,54	17,50	15,98	18,35	17,48	16,50	13,70	15,50	21,75	14,680	25,000
3	45,00	45,40	34,40	32,00	29,79	43,40	26,07	28,32	29,97	37,96	32,86	29,13	26,30	34,40	36,74	26,000	43,000
4	32,00	61,20	24,50	48,00	30,76	52,04	38,53	39,05	37,96	41,65	39,16	33,98	33,70	41,20	52,08	30,450	55,000

2

**MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI**

3

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
1	10,50	9,61	10,14	13,00	13,98	12,67	7,84	8,58	9,99	10,29	9,90	9,22	10,14	10,74	14,55	7,50	12,50
2	16,50	27,49	11,30	17,50	23,96	20,97	16,63	17,06	15,98	19,17	17,64	16,50	13,70	15,05	21,88	15,82	25,00
3	43,00	42,40	35,60	34,50	28,93	43,35	23,75	29,58	28,97	37,14	33,15	28,84	26,85	30,25	37,04	26,77	44,00
4	32,50	63,85	27,15	44,00	32,69	52,48	39,37	39,01	36,96	41,75	40,36	34,47	32,66	37,15	51,96	31,38	56,80
m lab	25,63	35,84	21,05	27,25	24,89	32,37	21,90	23,56	22,97	27,09	25,26	22,21	20,83	23,15	31,36	20,35	34,50

MEDIA	MIN	MAX	ST	VALORE ASSEGNATO
10,72	7,50	14,55	2,25	10,14
18,36	11,30	27,49	4,23	17,06
33,76	23,75	44,00	6,54	33,15
40,84	27,15	63,85	10,00	39,01
26,80	20,35	35,84	4,90	25,44

4

**Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO**

7

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
ZS CAMP 1	0,160	-0,238	0,000	1,273	1,707	1,126	-1,823	-0,693	-0,067	0,067	-0,108	-0,408	0,000	0,000	1,963	-1,177	1,051
ZS CAMP 2	-0,132	2,466	-1,362	0,104	1,632	0,925	-0,101	0,000	-0,255	0,501	0,139	-0,131	-0,794	-0,475	1,141	-0,294	1,878
ZS CAMP 3	1,507	1,415	0,374	0,206	-0,646	1,560	-1,439	-0,546	-0,641	0,609	0,000	-0,690	-0,964	-0,444	0,595	-0,987	1,660
ZS CAMP 4	-0,652	2,484	-1,187	0,499	-0,633	1,346	0,036	0,000	-0,206	0,273	0,134	-0,455	-0,637	-0,186	1,294	-0,764	1,749
ZS LAB	0,037	2,120	-0,897	0,369	-0,114	1,413	-0,724	-0,385	-0,504	-0,335	-0,037	-0,660	-0,940	-0,469	1,207	-1,040	1,848

**DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO**

8

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
1	0,36	-0,53	0,000	2,86	3,84	2,53	-2,30	-1,56	-0,15	0,15	-0,24	-0,92	0,000	0,000	4,41	-2,64	2,36
2	-0,54	10,43	-5,76	0,44	6,90	3,91	-0,43	0,00	-1,08	2,12	0,59	-0,55	-3,36	-2,01	4,83	-1,24	7,94
3	9,85	9,25	2,45	1,35	-4,22	10,20	-9,40	-3,57	-4,19	3,98	0,00	-4,51	-6,30	-2,90	3,89	-6,45	10,85
4	-6,51	24,84	-11,86	4,99	-6,33	13,46	0,36	0,00	-2,06	2,73	1,34	-4,55	-6,36	-1,86	12,94	-7,63	17,49
m diff	0,78	10,99	-3,79	2,41	0,05	7,53	-2,94	-1,28	-1,87	2,25	0,42	-2,63	-4,01	-1,69	6,52	-4,49	9,66
st diff	6,767	10,454	6,386	1,987	6,331	5,176	4,448	1,693	1,731	1,598	0,706	2,196	3,017	1,219	4,301	3,037	6,295
D	6,813	15,171	7,428	3,122	6,331	9,133	5,334	2,124	2,546	2,756	0,822	3,429	5,015	2,087	7,807	5,423	11,529

9

SLOPE	0,810	0,569	0,958	0,924	1,582	0,724	0,956	0,997	1,099	0,908	0,967	1,178	1,261	1,063	0,796	1,246	0,686
BIAS	4,098	4,452	4,673	-0,328	-14,527	1,422	3,902	1,361	-0,402	0,247	0,423	-1,309	-1,439	0,229	-0,127	-0,513	1,166
CORREL.	0,890	0,969	0,882	0,993	0,950	0,999	0,945	0,992	0,996	0,998	0,999	0,998	0,996	0,998	0,981	0,994	0,995



## Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

### VALUTAZIONE DEL RING TEST

Il laboratorio può valutare la propria performance considerando i valori di:

**OUTLIER:** individuando se i suoi dati siano o meno outliers.

**ZS LAB:** da riportare su una carta di controllo e per monitorare in quale categoria di ZS rientra il Laboratorio. (Pure Appl. Chem. Vol. 78, n°1 pp.145-196, 2006)

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

**D:** per valutare come il proprio laboratorio si è classificato rispetto all'andamento generale del ring test.



# RING TEST AFLATOSSINA B1

## NEL MAIS

### Settembre 2014

#### ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

A.S.S.A.M- Centro Agrochimico Regionale  
AGENZIA DELLE DOGANE E DEI MONOPOLI - LABORATORIO DI PALERMO  
AGRICOLA TRE VALLI  
ASS. PROVINCIALE ALLEVATORI POTENZA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI CREMA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI ORISTANO  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO  
CONSUL CHMICA - SAN VINCENZO LA COSTA  
ECOLAT  
EUROQUALITY  
LAB REGIONAL DE VETERINARIA-VINHA BRAVA - PORTOGALLO  
LABORATORIO ANALISI SETTIMELLI  
LABORATORIO STANDARD LATTE  
NEOLAC  
NUTRISERVICE  
ODJEL ZA KONTROLI KALITETE STOONE HRANE (CROAZIA)  
STUDIO ASSOCIATO FREGNI E FERRARI  
TECNOCASEARIA

Laboratori partecipanti	19
Sessioni di lavoro per HPLC	12
Sessioni di lavoro per ELISA	15
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	23 settembre
Data indicata per l'invio dei risultati	10 ottobre
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	89%
Ultimi risultati ricevuti	17 ottobre
Invio delle elaborazioni statistiche	29 ottobre
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	36
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
BIOCONTROL SYSTEM	20%
HELICA	7%
R-BIOPHARM	40%
ROMER LABS	7%
TECNA	27%





RING TEST  
AFLOATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# ORDINAMENTO DEI LABORATORI

HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	1	1,09	8%
2	10	1,09	17%
3	3	3,17	25%
4	7	3,40	33%
5	2	3,58	42%
6	22	4,19	50%
7	5	4,44	58%
8	14	5,04	67%
9	11	6,54	75%
10	6	7,47	83%
11	17	13,14	92%
12	13	14,11	100%

ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	5	0,65	7%
2	4	1,39	13%
3	22	2,05	20%
4	16	3,68	27%
5	24	3,89	33%
6	6	5,58	40%
7	15	6,34	47%
8	8	6,77	53%
9	23	7,50	60%
10	9	7,53	67%
11	21	8,22	73%
12	20	9,09	80%
13	18	9,30	87%
14	19	10,63	93%
15	12	16,26	100%

HPLC ED ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	10	0,35	4%
2	22	1,20	7%
3	5	1,26	11%
4	4	1,72	15%
5	1	2,18	19%
6	16	2,53	22%
7	2	3,17	26%
8	24	3,34	30%
9	3	3,39	33%
10	7	3,46	37%
11	22	4,55	41%
12	5	4,89	44%
13	14	5,16	48%
14	15	5,57	52%
15	8	5,95	56%
16	6	6,26	59%
17	11	6,51	63%
18	9	6,88	67%
19	23	7,41	70%
20	6	7,61	74%
21	21	9,26	78%
22	19	10,01	81%
23	20	10,10	85%
24	18	10,32	89%
25	17	13,12	93%
26	13	14,13	96%
27	12	16,98	100%

ELISA CONFRONTATO CON VAL. ASS. HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	5	0,89	7%
2	22	1,32	13%
3	4	1,63	20%
4	16	3,16	27%
5	24	3,34	33%
6	15	5,51	40%
7	8	5,91	47%
8	6	6,19	53%
9	9	6,69	60%
10	23	8,27	67%
11	21	8,86	73%
12	20	9,66	80%
13	19	9,79	87%
14	18	9,98	93%
15	12	16,58	100%

## LEGENDA:

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

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

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

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

■ valori ELISA  
■ valori HPLC

## INCERTEZZA DI MISURA

Camp.	aflatossina B1 $\mu\text{g}/\text{kg}$							
	Val. ass. HPLC	Oss	IC	$\pm U$	Val. ass. ELISA	Oss	IC	$\pm U$
1	<b>26,52</b>	12	2,83	<b>5,65</b>	<b>27,85</b>	15	2,40	<b>4,80</b>
2	<b>17,10</b>	12	1,78	<b>3,57</b>	<b>17,58</b>	15	1,94	<b>3,87</b>
3	<b>8,77</b>	11	0,87	<b>1,73</b>	<b>8,07</b>	14	0,90	<b>1,81</b>

L'omogeneità è stata valutata considerando la varianza delle pesate dell'inoculo della soluzione contaminante

### Legenda:

**Val ass.:** Indica il valore assegnato a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti.

**Oss:** Numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica

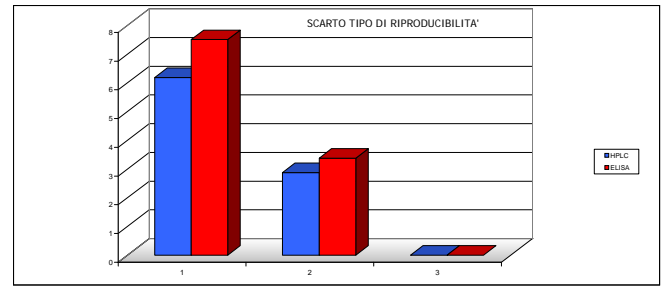
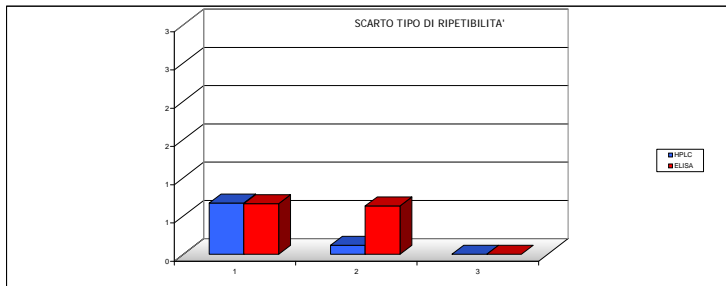
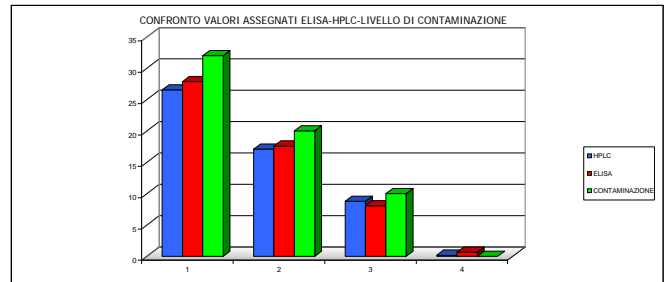
**IC:** Intervallo di confidenza è il rapporto dello scarto tipo di riproducibilità e la radice quadrata del numero delle osservazioni considerate.

**$\pm U$ :** Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore dell'intervallo di confidenza  $p = 95\%$   $k = 2$ .



CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' SETTEMBRE 2014

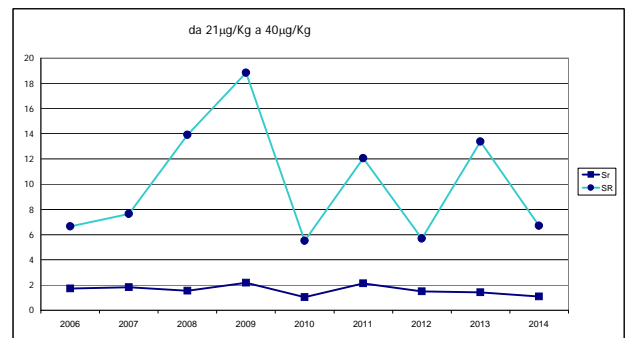
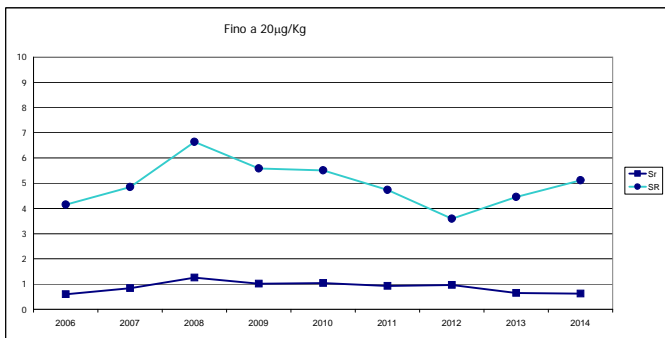
Campione	HPLC			ELISA			LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
	val. ass.	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	val. ass.	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	
1	26,52	0,54	9,79	27,85	1,39	9,30	32
2	17,10	0,67	6,18	17,58	0,66	7,50	20
3	8,77	0,12	2,87	8,07	0,64	3,38	10
4	0,18	--	--	0,67	--	--	--



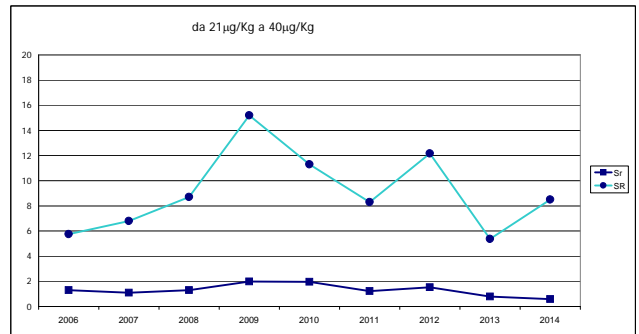
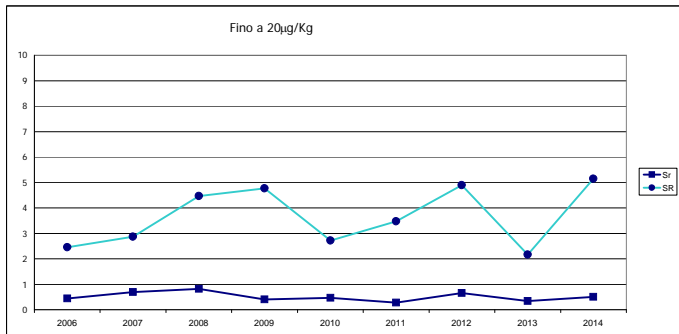
LEGENDA  
r ripetibilità  
R riproducibilità  
S<sub>r</sub> scarto tipo della ripetibilità  
S<sub>R</sub> scarto tipo della riproducibilità

ANDAMENTO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2014

ELISA



HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# HPLC

## RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: µg/kg

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab Out
1	12	26,82	1,53	27,70	0,54	9,79	2,01	36,50	36,45	
2	12	17,18	1,90	17,50	0,67	6,18	3,91	35,99	35,78	
3	11	8,34	0,33	8,13	0,12	2,87	1,41	34,47	34,44	!
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

\* CAMPIONE NEGATIVO

### LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	6	12,05	10,5	Outlier per Test di Cochran

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA  $s_r$  e  $s_R$  2006-2014

HPLC	$S_r$	$S_R$
fino a 20 µg/Kg	0,54	3,82
da 21 a 40 µg/Kg	1,38	9,61

### 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
Lab Out	laboratori outliers



# HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
1	25,69	23,48	30,05	19,80	37,22	31,60	27,24	18,60	45,90	33,20	20,60	8,67
2	18,41	12,61	19,60	15,40	23,49	17,98	15,72	11,19	28,60	20,57	14,30	6,00
3	8,78	6,08	9,80	7,70	12,05	10,80	8,88	5,60	12,50	11,21	7,70	2,53
4*	0,09	0,00	0,50	<0,5	<0,1	<1,5	<0,1	<0,16	0,17	0,36	<1	<0,5
1	25,92	23,48	31,60	19,80	35,87	31,09		17,40	46,30	33,79	20,00	9,03
2	18,53	12,47	20,14	15,20	24,33	20,43		10,62	29,00	21,80	15,20	5,02
3	8,76	6,00	10,16	7,50	10,53	10,95		5,56	12,70	10,97	7,70	2,61
4*	0,10	0,00	0,20	<0,5	<0,1	<1,5		<0,16	0,18	0,18	<1	<0,5

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 4, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
1	25,81	23,48	30,83	19,80	36,55	31,35	27,24	18,00	46,10	33,50	20,30	8,85
2	18,47	12,54	19,87	15,30	23,91	19,21	15,72	10,91	28,80	21,19	14,75	5,51
3	8,77	6,04	9,98	7,60	<b>11,29</b>	10,88	8,88	5,58	12,60	11,09	7,70	2,57
4*	0,10	0,00	0,35	<0,5	<0,1	<1,5	<0,1	<0,16	0,18	0,27	<1	<2
m lab	17,68	14,02	20,23	14,23	23,92	20,48	17,28	11,50	29,17	21,92	14,25	5,64
% recupero	97%	100%	80%	99%	80%	80%	n.d.	91%	85%	95%	99%	90%

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
26,82	8,85	46,10	9,78	26,52	<b>32</b>
17,18	5,51	28,80	6,16	17,10	<b>20</b>
8,58	2,57	12,60	2,87	8,77	<b>10</b>
0,18	0,00	0,35	0,14	0,18	--
17,53	5,64	29,17	6,88	17,28	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
ZS CAMP 1	-0,073	-0,311	0,440	-0,687	1,025	0,493	0,073	-0,871	2,002	0,713	-0,636	-1,807
ZS CAMP 2	0,223	-0,739	0,450	-0,291	1,106	0,342	-0,223	-1,004	1,899	0,663	-0,380	-1,879
ZS CAMP 3	0,000	-0,951	0,421	-0,407	<b>0,878</b>	0,733	0,038	-1,111	1,334	0,808	-0,373	-2,159
ZS LAB	0,058	-0,474	0,428	-0,443	0,965	0,465	0,000	-0,841	1,728	0,675	-0,441	-1,692

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

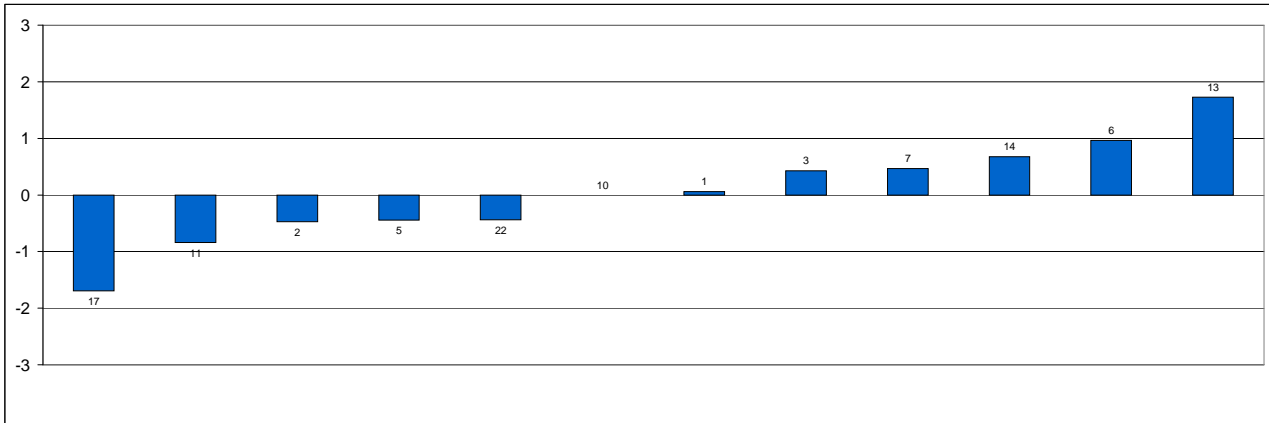
codice	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
1	-0,72	-3,04	4,30	-6,72	10,02	4,82	0,72	-8,52	19,58	6,97	-6,22	-17,67
2	1,38	-4,56	2,78	-1,80	6,82	2,11	-1,38	-6,19	11,71	4,09	-2,35	-11,59
3	0,00	-2,73	1,21	-1,17	2,52	2,11	0,11	-3,19	3,83	2,32	-1,07	-6,20
m diff	0,22	-3,44	2,76	-3,23	6,45	3,01	-0,18	-5,97	11,70	4,46	-3,21	-11,82
st diff	1,06	0,98	1,55	3,04	3,76	1,57	1,08	2,67	7,87	2,35	2,68	5,74
D	1,09	3,58	3,17	4,44	7,47	3,40	1,09	6,54	14,11	5,04	4,19	13,14
SLOPE	0,96	0,99	1,17	0,68	1,42	1,16	1,04	0,70	1,89	1,26	0,71	0,35
BIAS	0,99	-3,20	-0,27	2,31	-0,90	0,29	-0,85	-0,74	-3,77	-0,13	1,90	-0,53
CORREL.	0,99	0,99	1,00	0,98	1,00	1,00	0,99	1,00	1,00	1,00	0,99	1,00

\* CONTAMINAZIONE: LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE

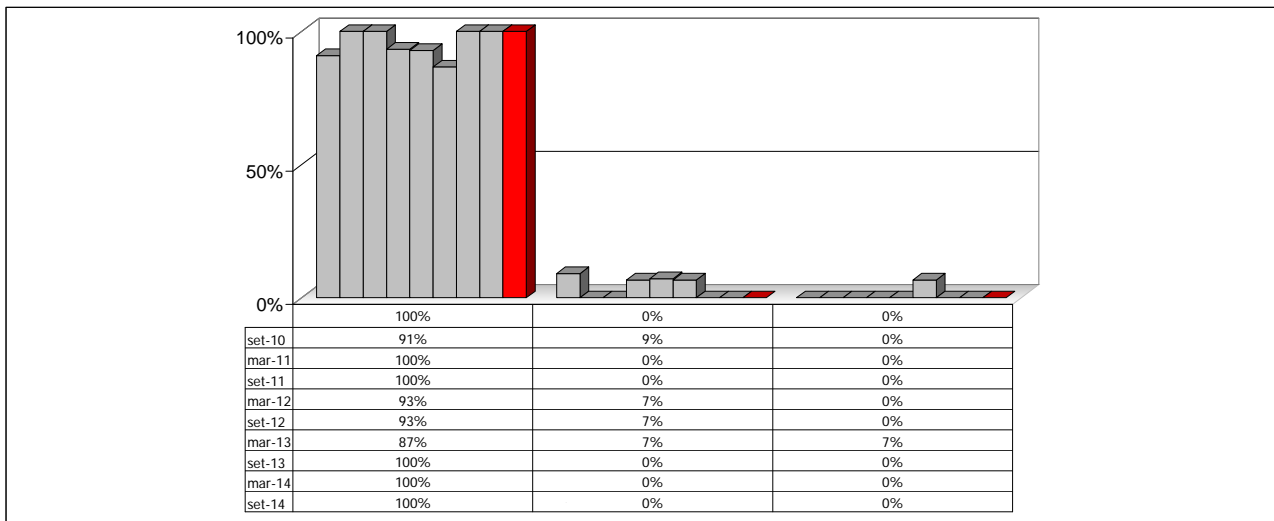


# HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI



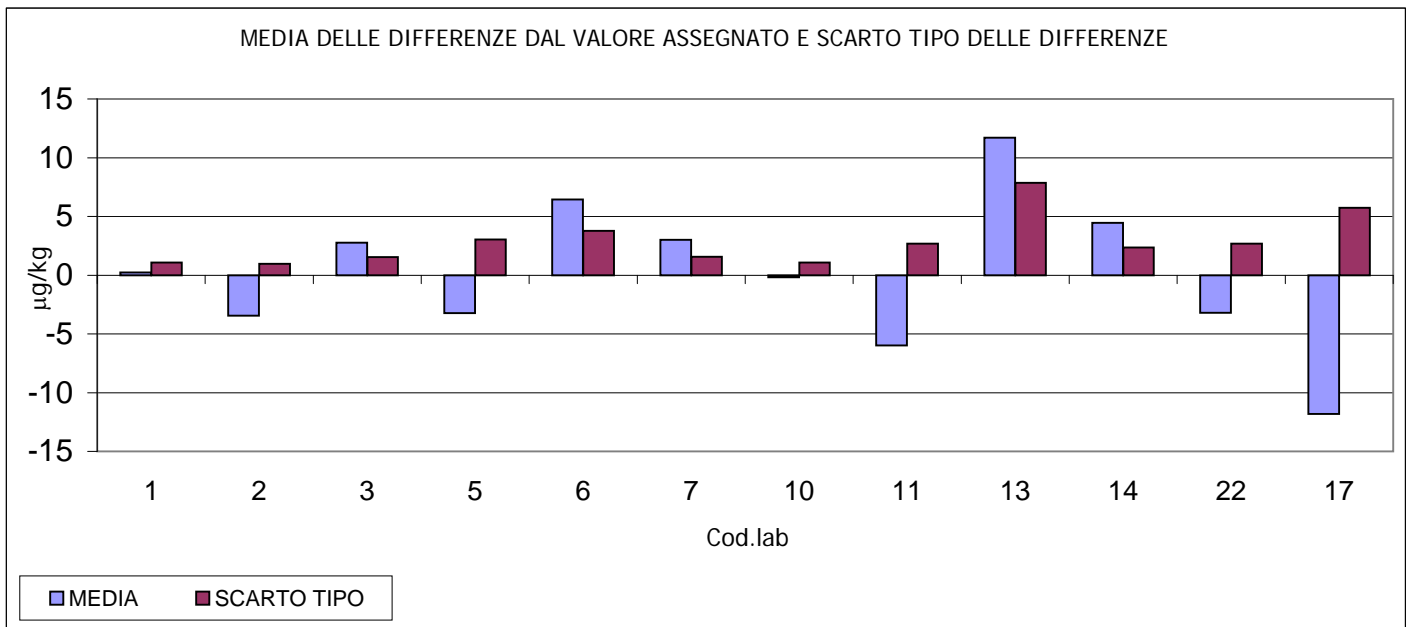
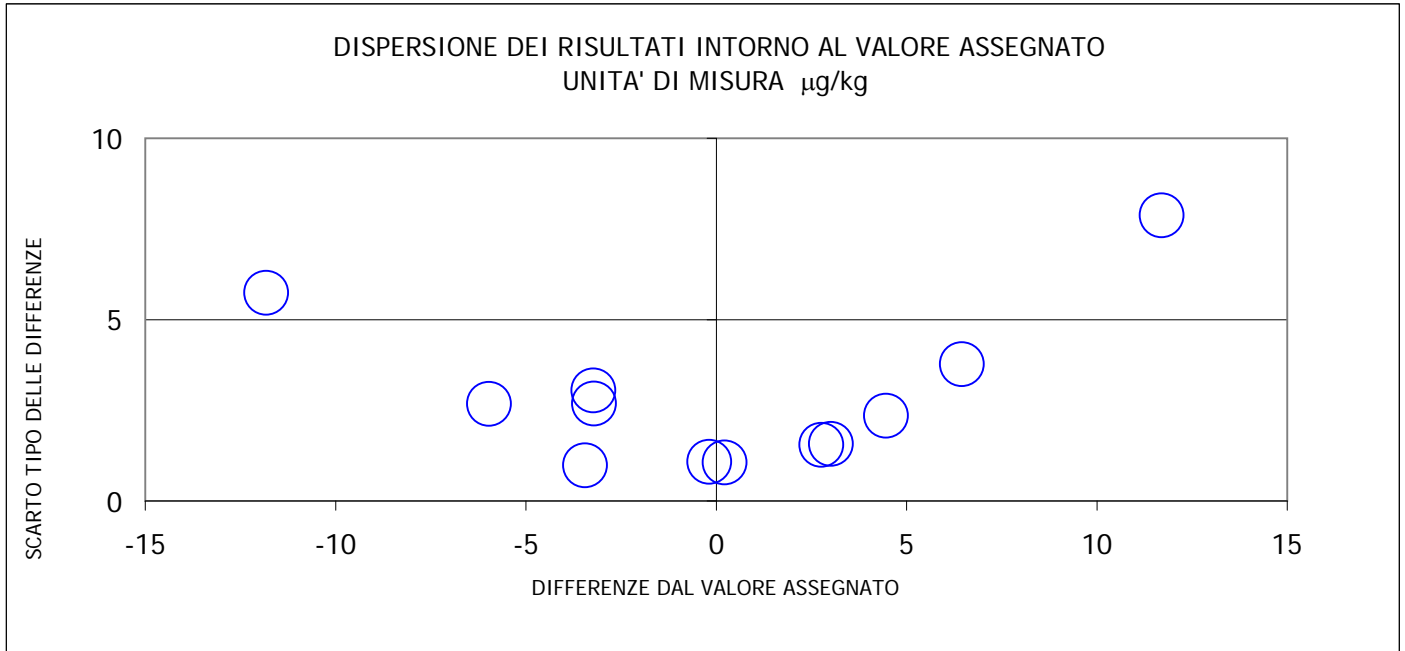
## FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# 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	15	28,21	3,93	26,31	1,39	9,30	4,93	32,96	32,58		
2	15	18,49	1,88	21,23	0,66	7,50	3,58	40,56	40,40		
3	14	8,85	1,80	9,56	0,64	3,38	7,18	38,18	37,50	!	
4*	4	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

\* CAMPIONE NEGATIVO

## LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	12	25,00	26,50	Outlier per Test di Grubbs

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA  $s_r$  e  $s_R$  2006-2014

ELISA	$S_r$	$S_R$
fino a 20 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	0,90	5,03
da 21 a 40 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	1,65	10,97

## 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  
Lab Out outlier



## Unità di misura: µg/kg (ppb)

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
1	27,59	30,00	35,00	18,54	17,32	43,60	18,06	25,46	39,6	12,62	37,6	37,4	25,65	39	23,1
2	16,80	17,00	21,00	11,72	12,58	32,90	11,65	12,57		11,07	29,40	28,00	15,43	12,90	14,30
3	9,86	9,20	12,00	6,96	5,82	25,00	5,86	7,24	13,80	4,79	13,90	14,00	7,80	7,54	5,40
4*	0,53	<0,5	<1	<1	1,17	2,40	0,05	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1
1	30,05	25,70	35,00	18,63	16,54	41,90	20,06	24,09	36,90	11,82	36,10	35,40	25,17	36,00	22,30
2	18,37	18,15	22,00	11,72	12,33	34,30	12,96	12,38	28,60	10,93	27,80	26,90	15,25	13,40	14,50
3	10,24	8,90	14,00	6,38	5,73	26,50	6,72	6,95	13,00	4,73	14,80	12,40	8,06	6,20	5,44
4*	0,56	<0,5	<1	<1	0,00	2,80	1,45	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 4, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

### MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	28,82	27,85	35,00	18,59	16,93	42,75	19,06	24,78	38,25	12,22	36,85	36,40	25,41	37,50	22,70	27,37	12,22	42,75	9,98	27,85	32
2	17,59	17,58	21,50	11,72	12,46	33,60	12,31	12,48	28,25	11,00	28,60	27,45	15,34	13,15	14,40	18,82	11,00	33,60	8,05	17,58	20
3	10,05	9,05	13,00	6,67	5,78	<b>25,75</b>	6,29	7,10	13,40	4,76	14,35	13,20	7,93	6,87	5,42	10,56	4,76	25,75	3,49	8,07	10
4*	0,55	<0,5	<1	<1	0,59	2,60	0,75	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1	1,12	0,55	2,60	0,99	0,67	--
m lab	18,82	18,16	23,17	12,33	11,72	34,03	12,55	14,78	26,63	9,33	26,60	25,68	16,23	19,17	14,17	18,92	9,33	34,03	7,67	16,47	-

### Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
ZS CAMP 1	0,097	0,000	0,716	-0,928	-1,094	1,492	-0,880	-0,308	1,042	-1,565	0,901	0,856	-0,244	0,967	-0,516
ZS CAMP 2	0,001	0,000	0,488	-0,727	-0,636	1,991	-0,655	-0,634	1,326	-0,817	1,370	1,227	-0,278	-0,550	-0,394
ZS CAMP 3	0,566	0,280	1,410	-0,401	-0,658	<b>5,060</b>	-0,510	-0,280	1,525	-0,948	1,797	1,468	-0,041	-0,344	-0,759
ZS LAB	0,306	0,220	0,873	-0,540	-0,619	2,289	-0,511	-0,220	1,324	-0,931	1,320	1,201	-0,032	0,352	-0,299

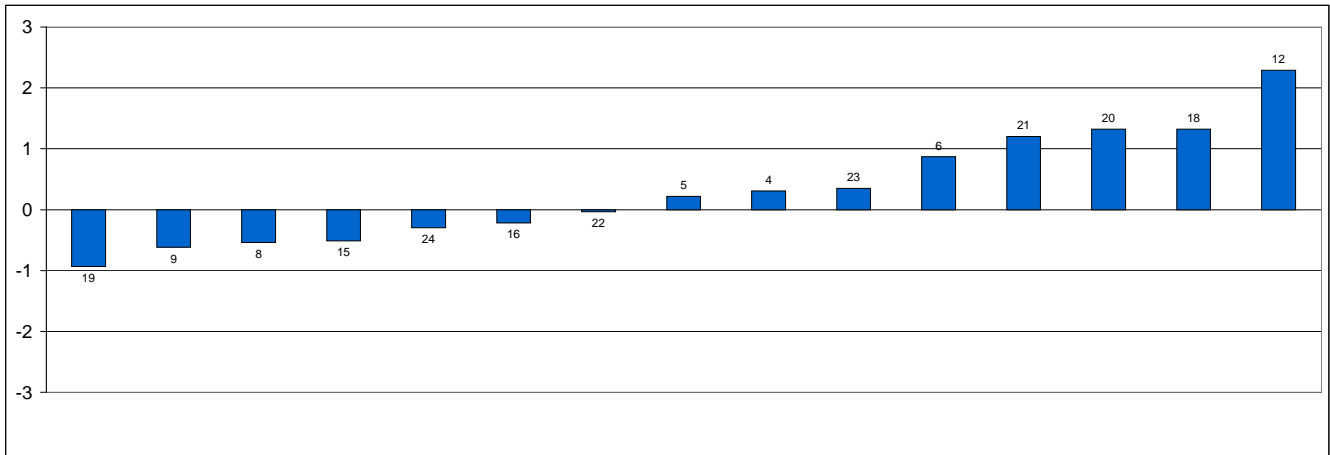
### DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
1	0,97	0,00	7,15	-9,27	-10,92	14,90	-8,79	-3,08	10,40	-15,63	9,00	8,55	-2,44	9,65	-5,15
2	0,01	0,00	3,93	-5,86	-5,12	16,03	-5,27	-5,10	10,68	-6,58	11,03	9,88	-2,24	-4,43	-3,18
3	1,98	0,98	4,93	-1,40	-2,30	17,68	-1,78	-0,98	5,33	-3,31	6,28	5,13	-0,14	-1,20	-2,65
m diff	0,99	0,33	5,33	-5,51	-6,11	16,20	-5,28	-3,05	8,80	-8,51	8,77	7,85	-1,61	1,34	-3,66
st diff	0,98	0,56	1,65	3,94	4,40	1,40	3,50	2,06	3,01	6,38	2,38	2,45	1,27	7,37	1,32
D	1,39	0,65	5,58	6,77	7,53	16,26	6,34	3,68	9,30	10,63	9,09	8,22	2,05	7,50	3,89
SLOPE	0,951	0,951	1,115	0,603	0,562	0,860	0,646	0,898	1,253	0,374	1,133	1,169	0,885	1,560	0,873
BIAS	1,859	1,195	3,282	1,566	1,693	18,698	1,035	-1,233	4,295	2,663	6,393	4,838	0,443	-8,642	-1,391
CORREL.	0,996	1,000	0,994	0,998	0,991	1,000	1,000	0,980	0,991	0,924	0,985	0,988	0,998	0,954	0,999

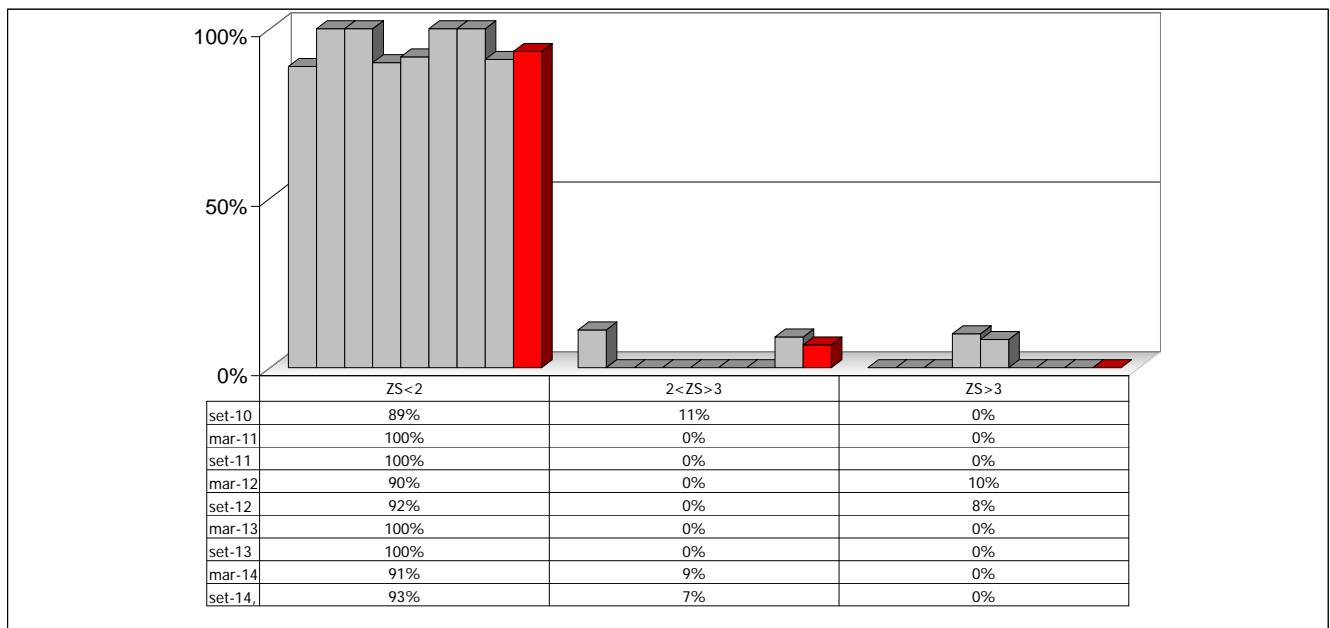
\*CONTAMINAZIONE: LIVELLO IDEALE DI CONTAMINAZIONE

# ELISA - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI

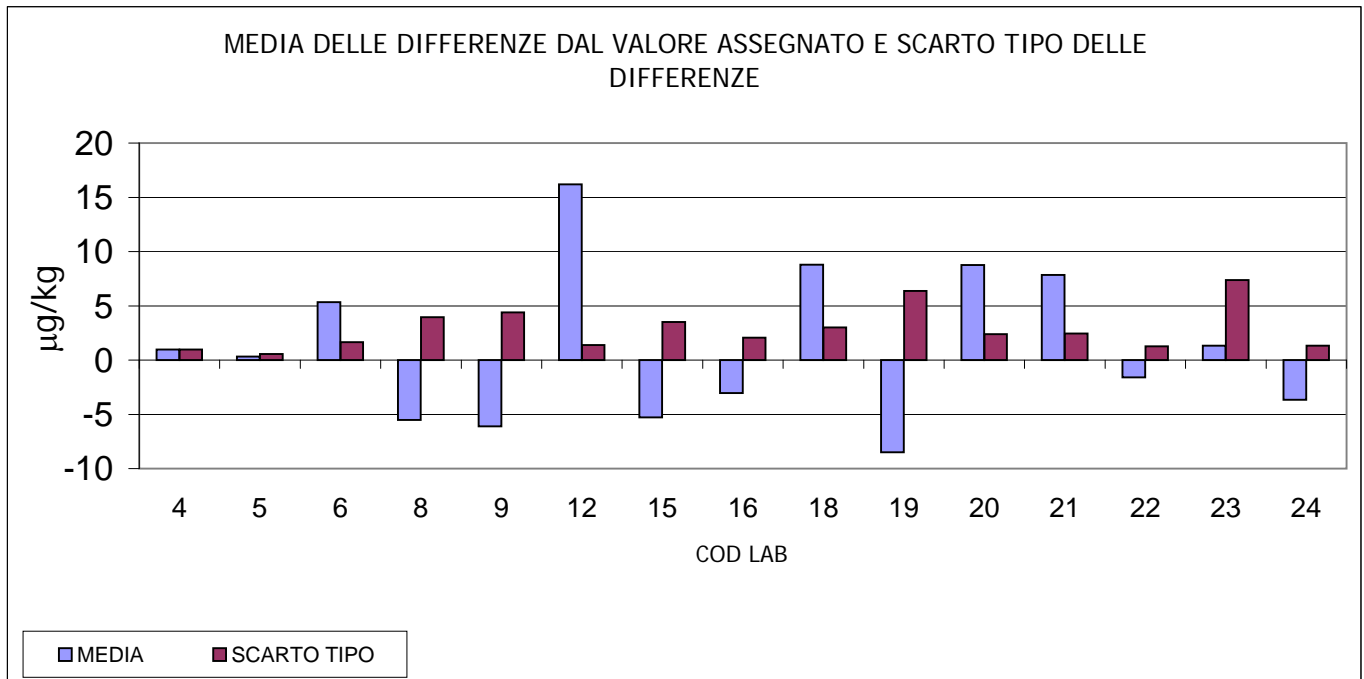
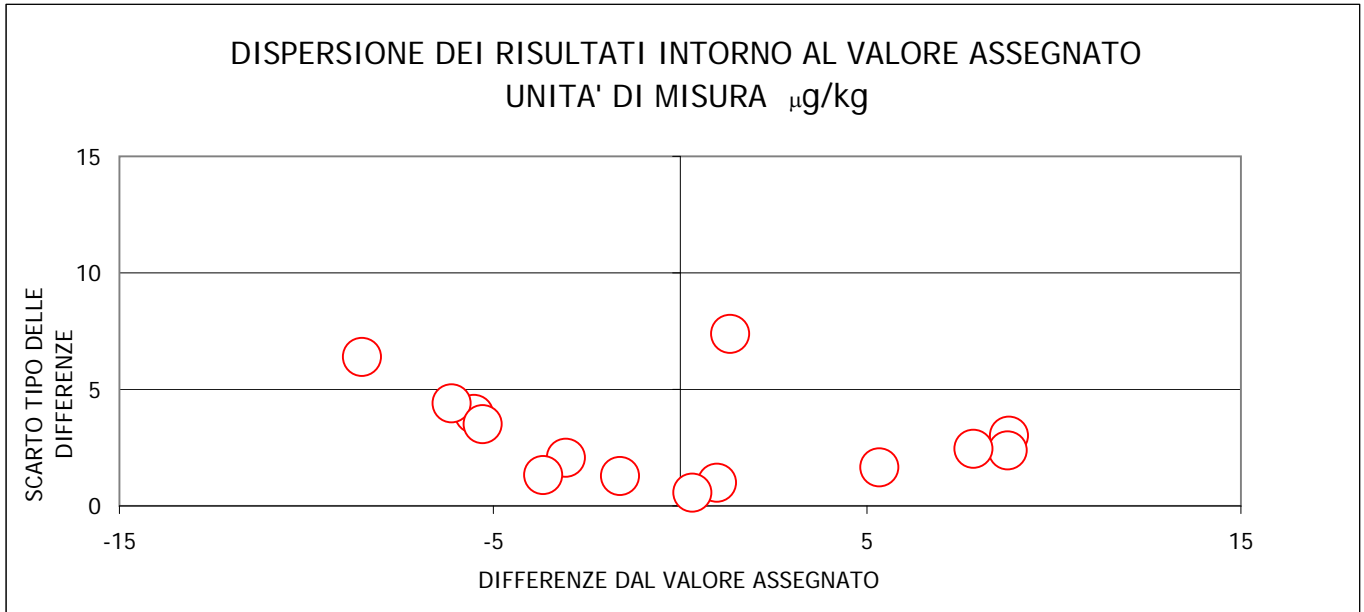


## FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA





# ELISA





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# ELISA e HPLC

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

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab out
1	27	27,59	3,10	26,48	1,10	9,36	3,98	33,92	33,69		
2	27	17,91	1,89	19,39	0,67	6,85	3,72	38,25	38,07		
3	26	8,72	1,46	8,77	0,52	3,10	5,93	35,51	35,01		!
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

\* CAMPIONE NEGATIVO

## LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	12	25,00	26,50	Outlier per Test di Grubbs

## 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
OUT	laboratori outlier



# ELISA ED HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
1	27,59	30,00	35,00	18,54	17,32	43,60	18,06	25,46	39,60	12,62	37,60	37,40	25,65	39,00	23,10	25,69	23,48	30,05	19,80	37,22	31,60	27,24	18,60	45,90	33,20	20,60	8,67
2	16,80	17,00	21,00	11,72	12,58	32,90	11,65	12,57	27,90	11,07	29,40	28,00	15,43	12,90	14,30	18,41	12,61	19,60	15,40	23,49	17,98	15,72	11,19	28,60	20,57	14,30	6,00
3	9,86	9,20	12,00	6,96	5,82	25,00	5,86	7,24	13,80	4,79	13,90	14,00	7,80	7,54	5,40	8,78	6,08	9,80	7,70	12,05	10,80	8,88	5,60	12,50	11,21	7,70	2,53
4	0,53	<0,5	<1	<1	1,17	2,40	0,05	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1	0,09	0,00	0,50	<0,5	<0,1	21,5	<0,1	<0,16	0,17	0,36	<1	<0,5
1	30,05	25,70	35,00	18,63	16,54	41,90	20,06	24,09	36,90	11,82	36,10	35,40	25,17	36,00	22,30	25,92	23,48	31,60	19,80	35,87	31,09	17,40	46,30	33,79	20,00	9,03	
2	18,37	18,15	22,00	11,72	12,33	34,30	12,96	12,38	28,60	10,93	27,80	26,90	15,25	13,40	14,50	18,53	12,47	20,14	15,20	24,33	20,43	10,62	29,00	21,80	15,20	5,02	
3	10,24	8,90	14,00	6,38	5,73	26,50	6,72	6,95	13,00	4,73	14,80	12,40	8,06	6,20	5,44	8,76	6,00	10,16	7,50	10,53	10,95	5,56	12,70	10,97	7,70	2,61	
4	0,56	<0,5	<1	<1	0,00	2,80	1,45	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1	0,10	0,00	0,20	<0,5	<0,1	<1,5	<0,16	0,18	0,18	<1	<0,5	

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N.1, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
1	28,82	27,85	35,00	18,59	16,93	42,75	19,06	24,78	38,25	12,22	36,85	36,40	25,41	37,50	22,70	25,81	23,48	30,83	19,80	36,55	31,35	27,24	18,00	46,10	33,50	20,30	8,85	27,59	8,85	46,10	9,33	27,24
2	17,59	17,58	21,50	11,72	12,46	33,60	12,31	12,48	28,25	11,00	28,60	27,45	15,34	13,15	14,40	18,47	12,54	19,87	15,30	23,91	19,21	15,72	10,91	28,80	21,19	14,75	5,51	17,91	5,51	33,60	6,83	15,72
3	10,05	9,05	13,00	6,67	5,78	25,75	6,29	7,10	13,40	4,76	14,35	13,20	7,93	6,87	5,42	8,77	6,04	9,98	7,60	11,29	10,88	8,88	5,58	12,60	11,09	7,70	2,57	9,36	2,57	25,75	3,08	8,35
4	0,55	<0,5	<1	<1	0,59	2,60	0,75	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1	0,10	0,00	0,35	<0,5	<0,1	<1,5	<0,1	<0,16	0,18	0,27	<1	<0,5	0,60	0,00	2,60	0,79	0,35
m lab	18,82	18,16	23,17	12,33	11,72	34,03	12,55	14,78	26,63	9,33	26,60	25,68	16,23	19,17	14,17	17,68	14,02	20,23	14,23	23,92	20,48	17,28	11,50	29,17	21,92	14,25	5,64	18,28	5,64	34,03	6,91	17,48

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
ZS CAMP 1	0,169	0,065	0,832	-0,928	-1,106	1,663	-0,877	-0,264	1,181	-1,611	1,030	0,982	-0,196	1,100	-0,487	-0,154	-0,403	0,384	-0,798	0,998	0,440	0,000	-0,991	2,022	0,671	-0,744	-1,972
ZS CAMP 2	0,273	0,271	0,846	-0,585	-0,478	2,616	-0,500	-0,475	1,834	-0,691	1,885	1,716	-0,056	-0,376	-0,193	0,402	-0,465	0,607	-0,061	1,198	0,510	0,000	-0,705	1,914	0,800	-0,142	-1,494
ZS CAMP 3	0,553	0,228	1,512	-0,546	-0,837	5,656	-0,670	-0,408	1,642	-1,167	1,950	1,577	-0,137	-0,481	-0,952	0,137	-0,751	0,530	-0,244	0,956	0,821	0,172	-0,900	1,382	0,891	-0,211	-1,879
ZS LAB	0,194	0,098	0,823	-0,746	-0,834	2,396	-0,714	-0,391	1,325	-1,180	1,320	1,187	-0,182	0,245	-0,479	0,029	-0,501	0,397	-0,470	0,931	0,433	-0,029	-0,867	1,692	0,643	-0,468	-1,714

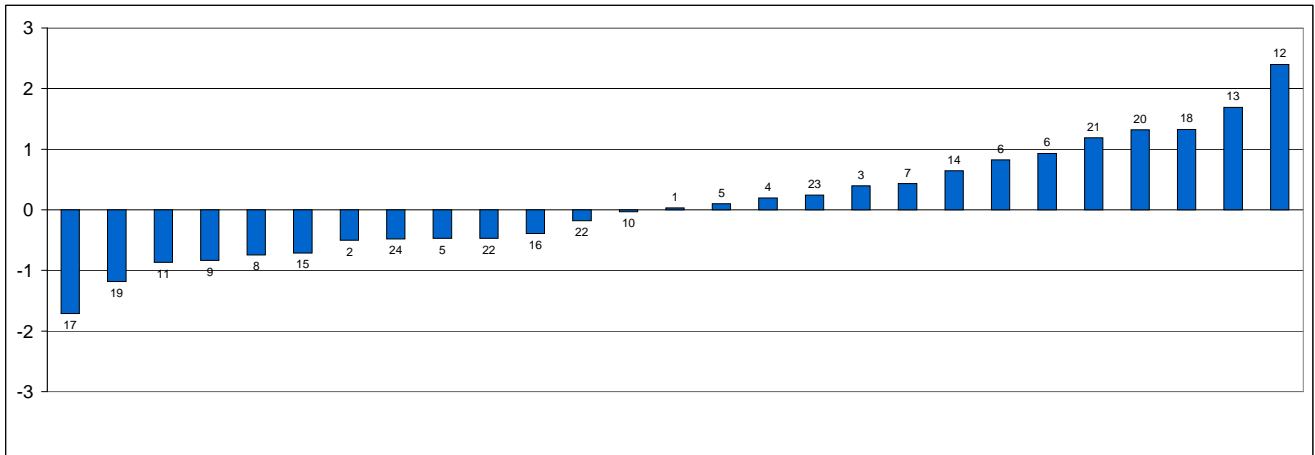
DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24	1	2	3	5	6	7	10	11	13	14	22	17
1	1,58	0,61	7,76	-8,66	-10,31	15,51	-8,18	-2,47	11,01	-15,02	9,61	9,16	-1,83	10,26	-4,54	-1,44	-3,76	3,59	-7,44	9,31	4,11	0,00	-9,24	18,86	6,26	-6,94	-18,39
2	1,87	1,86	5,78	-4,00	-3,27	17,88	-3,42	-3,25	12,53	-4,72	12,88	11,73	-0,38	-2,57	-1,32	2,75	-3,18	4,15	-0,42	8,19	3,49	0,00	-4,82	13,08	5,47	-0,97	-10,21
3	1,70	0,70	4,65	-1,68	-2,58	17,40	-2,06	-1,26	5,05	-3,59	6,00	4,85	-0,42	-1,48	-2,93	0,42	-2,31	1,63	-0,75	2,94	2,53	0,53	-2,77	4,25	2,74	-0,65	-5,78
m diff	1,72	1,06	6,06	-4,78	-5,38	16,93	-4,55	-2,32	9,53	-7,78	9,50	8,58	-0,88	2,07	-2,93	0,58	-3,08	3,12	-2,87	6,81	3,37	0,18	-5,61	12,06	4,82	-2,85	-11,46
st diff	0,14	0,69	1,57	3,55	4,28	1,25	3,21	1,00	3,95	6,30	3,44	3,48	0,83	7,11	1,61	2,10	0,73	1,32	3,96	3,40	0,80	0,31	3,31	7,36	1,84	3,54	6,40
D	1,72	1,26	6,26	5,95	6,88	16,98	5,57	2,53	10,32	10,01	10,10	9,26	1,20	7,41	3,34	2,18	3,17	3,39	4,89	7,61	3,46	0,35	6,51	14,13	5,16	4,55	13,12
SLOPE	0,992	0,986	1,165	0,628	0,573	0,891	0,668	0,948	1,276	0,370	1,149	1,188	0,921	1,665	0,898	0,878	0,926	1,090	0,623	1,316	1,081	0,974	0,654	1,750	1,176	0,651	0,329
BIAS	1,851	1,292	3,237	1,589	1,924	18,800	1,124	-1,424	4,806	3,007	6,942	5,356	0,477	-9,300	-1,180	2,656	-1,810	1,581	3,571	1,410	1,986	0,614	0,312	-0,756	1,814	3,120	0,021
CORREL	1,000	0,997	1,000	0,999	0,971	0,997	0,996	0,995	0,972	0,879	0,961	0,967	0,999	0,980	0,989	0,979	1,000	0,995	0,962	0,992	1,000	1,000	0,999	0,994	0,998	0,981	0,996

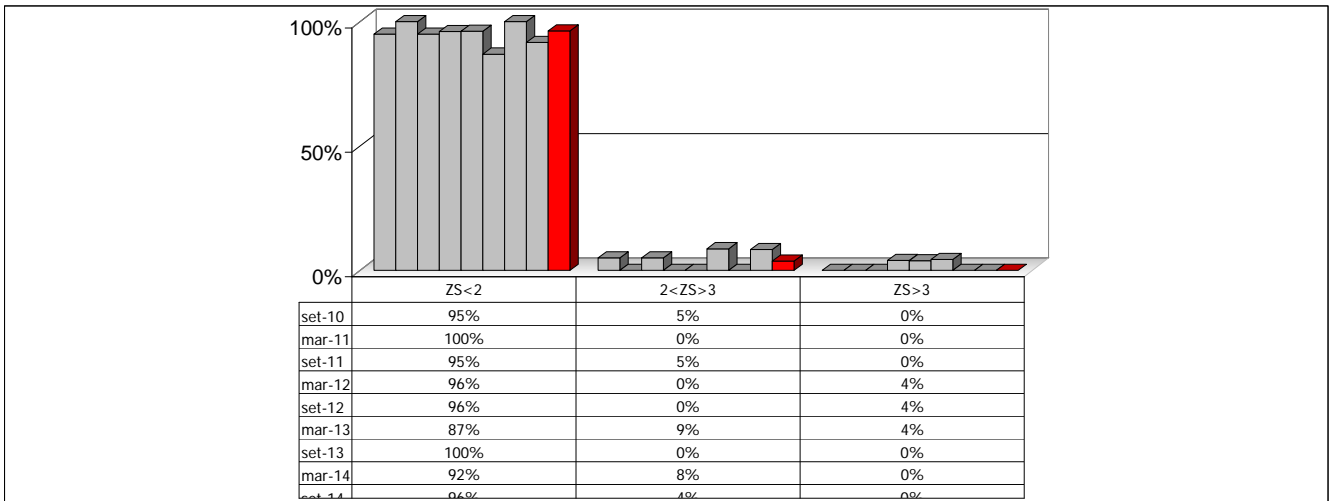


# ELISA ED HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI

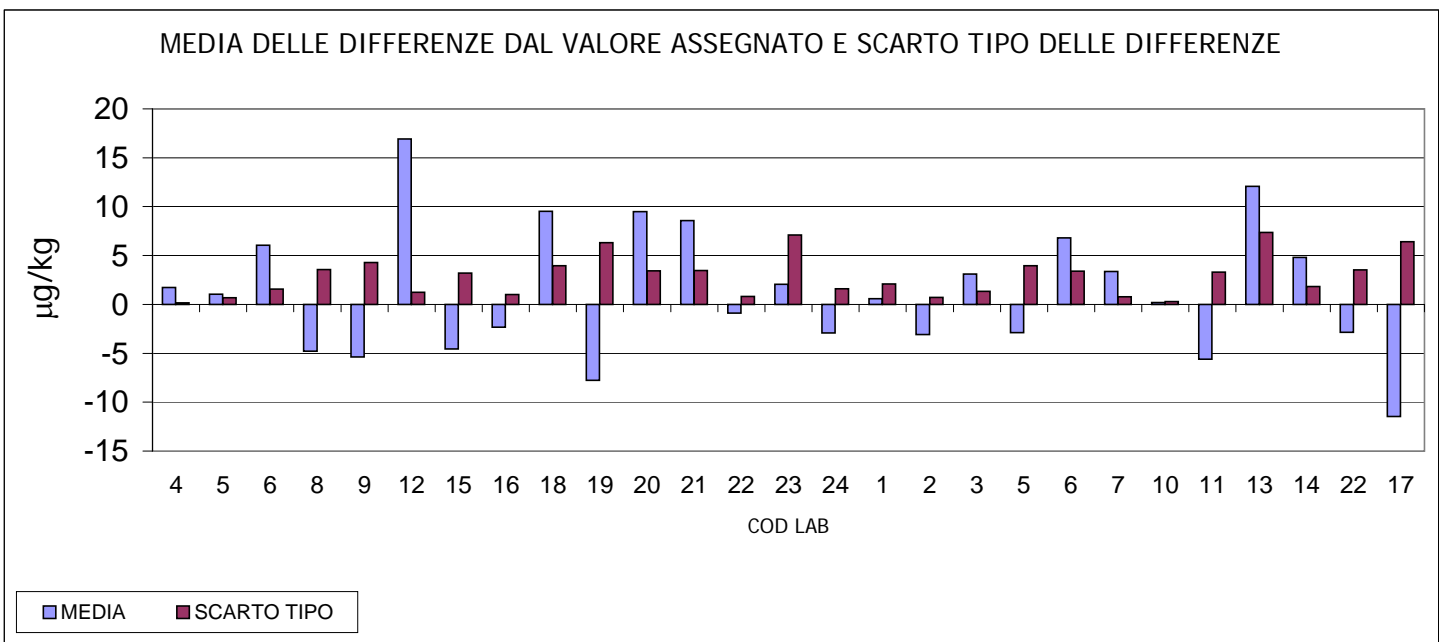
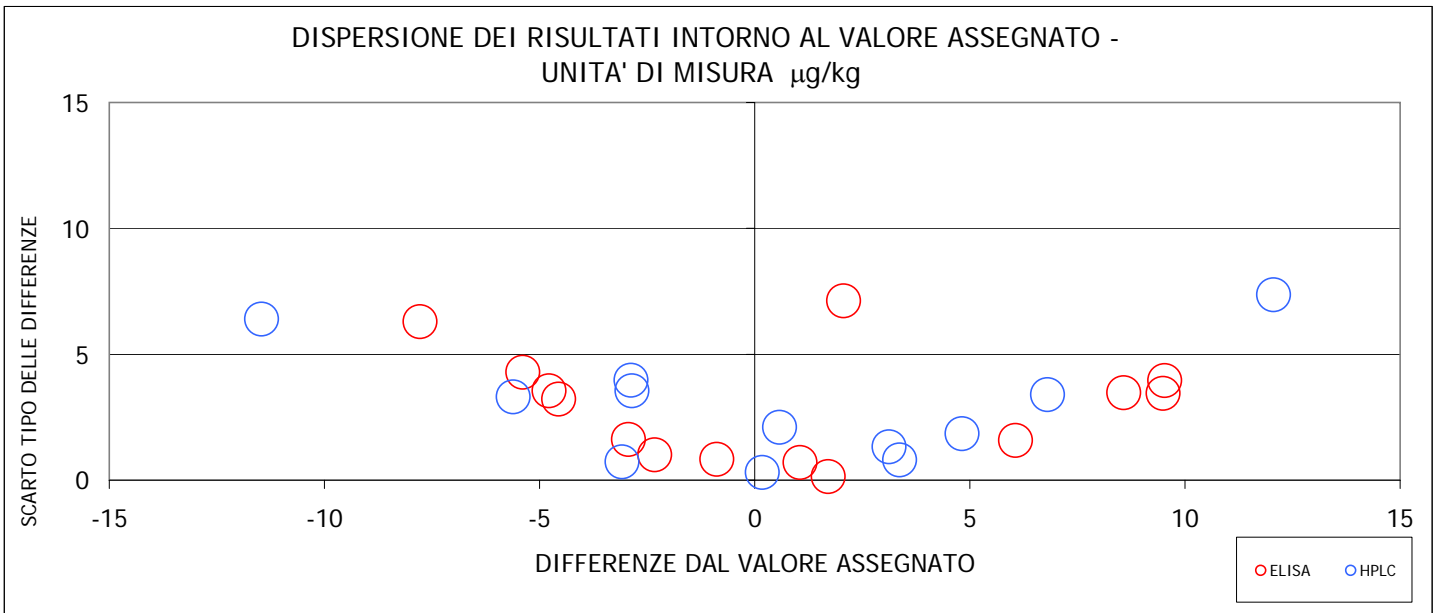


## FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC





# ELISA ED HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

## ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
1	27,59	30,00	35,00	18,54	17,32	43,60	18,06	25,46	39,60	12,62	37,60	37,40	25,65	39,00	23,10
2	16,80	17,00	21,00	11,72	12,58	32,90	11,65	12,57	27,90	11,07	29,40	28,00	15,43	12,90	14,30
3	9,86	9,20	12,00	6,96	5,82	25,00	5,86	7,24	13,80	4,79	13,90	14,00	7,80	7,54	5,40
4*	0,53	<0,5	<1	<1	1,17	2,40	0,05	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1
1	30,05	25,70	35,00	18,63	16,54	41,90	20,06	24,09	36,90	11,82	36,10	35,40	25,17	36,00	22,30
2	18,37	18,15	22,00	11,72	12,33	34,30	12,96	12,38	28,60	10,93	27,80	26,90	15,25	13,40	14,50
3	10,24	8,90	14,00	6,38	5,73	26,50	6,72	6,95	13,00	4,73	14,80	12,40	8,06	6,20	5,44
4*	0,56	<0,5	<1	<1	0,00	2,80	1,45	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1

\*L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 4, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
1	28,82	27,85	35,00	18,59	16,93	42,75	19,06	24,78	38,25	12,22	36,85	36,4	25,41	37,5	22,7
2	17,59	17,58	21,50	11,72	12,46	33,60	12,31	12,48	28,25	11,00	28,60	27,45	15,34	13,15	14,4
3	10,05	9,05	13,00	6,67	5,78	25,75	6,29	7,10	13,40	4,76	14,35	13,2	7,93	6,87	5,42
4*	0,55	<0,5	<1	<1	0,59	2,60	0,75	<1	<1	<1	<1	<1	<0,5	<0,5	<1
m lab	18,82	18,16	23,17	12,33	11,72	34,03	12,55	14,78	26,63	9,33	26,60	25,68	16,23	19,17	14,17

MEDIA	MIN	MAX	ST HPLC	VAL. ASS HPLC
27,37	12,22	42,75	9,78	26,52
18,82	11,00	33,60	6,16	17,10
10,56	4,76	25,75	2,87	8,77
1,12	0,55	2,60	0,14	0,18
18,92	9,33	34,03	6,88	17,28

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
ZS CAMP 1	0,235	0,136	0,867	-0,812	-0,981	1,659	-0,763	-0,179	1,199	-1,462	1,056	1,010	-0,114	1,122	-0,391
ZS CAMP 2	0,079	0,078	0,715	-0,872	-0,753	2,677	-0,777	-0,749	1,810	-0,989	1,866	1,680	-0,285	-0,640	-0,437
ZS CAMP 3	0,446	0,098	1,473	-0,731	-1,043	5,913	-0,864	-0,583	1,612	-1,396	1,943	1,543	-0,293	-0,662	-1,167
ZS LAB	0,224	0,128	0,856	-0,720	-0,808	2,436	-0,687	-0,363	1,360	-1,156	1,355	1,222	-0,153	0,275	-0,452

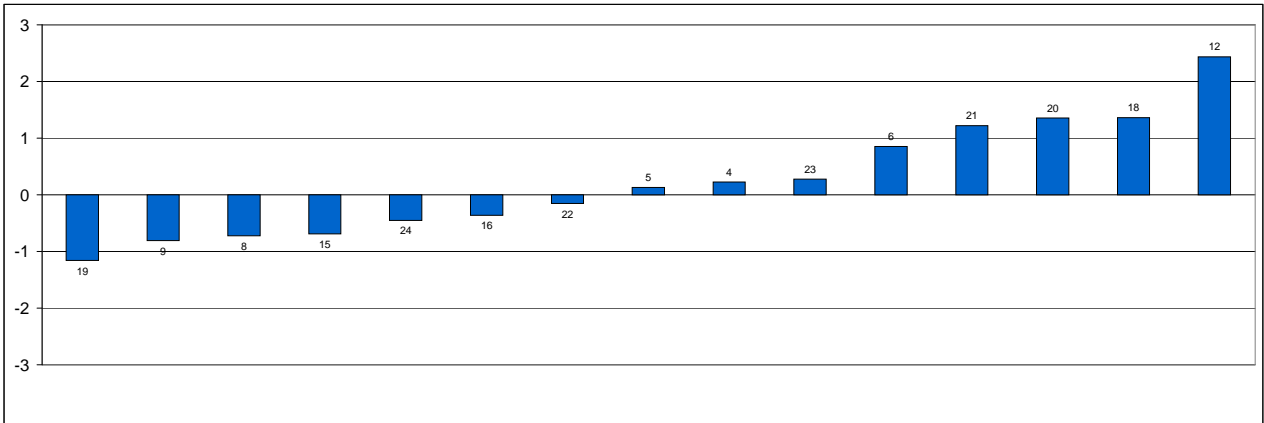
DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	6	8	9	12	15	16	18	19	20	21	22	23	24
1	2,30	1,33	8,48	-7,94	-9,59	16,23	-7,46	-1,75	11,73	-14,30	10,33	9,88	-1,11	10,98	-3,82
2	0,49	0,48	4,41	-5,38	-4,64	16,51	-4,79	-4,62	11,16	-6,10	11,51	10,36	-1,76	-3,95	-2,70
3	1,28	0,28	4,23	-2,10	-3,00	16,98	-2,48	-1,68	4,63	-4,01	5,58	4,43	-0,84	-1,90	-3,35
m diff	1,36	0,70	5,70	-5,14	-5,74	16,57	-4,91	-2,68	9,17	-8,14	9,14	8,22	-1,24	1,71	-3,29
st diff	0,91	0,56	2,40	2,93	3,43	0,38	2,49	1,68	3,94	5,44	3,14	3,29	0,47	8,09	0,57
D	1,63	0,89	6,19	5,91	6,69	16,58	5,51	3,16	9,98	9,79	9,66	8,86	1,32	8,27	3,34
SLOPE	1,060	1,060	1,243	0,672	0,625	0,958	0,719	1,003	1,392	0,414	1,259	1,299	0,986	1,744	0,971
BIAS	0,303	-0,346	1,452	0,583	0,806	17,306	-0,009	-2,728	2,319	2,100	4,618	3,00	-1,00	-11,29	-2,79
CORREL.	0,997	1,000	0,996	0,999	0,989	1,000	1,000	0,983	0,989	0,919	0,982	0,986	0,999	0,958	0,998

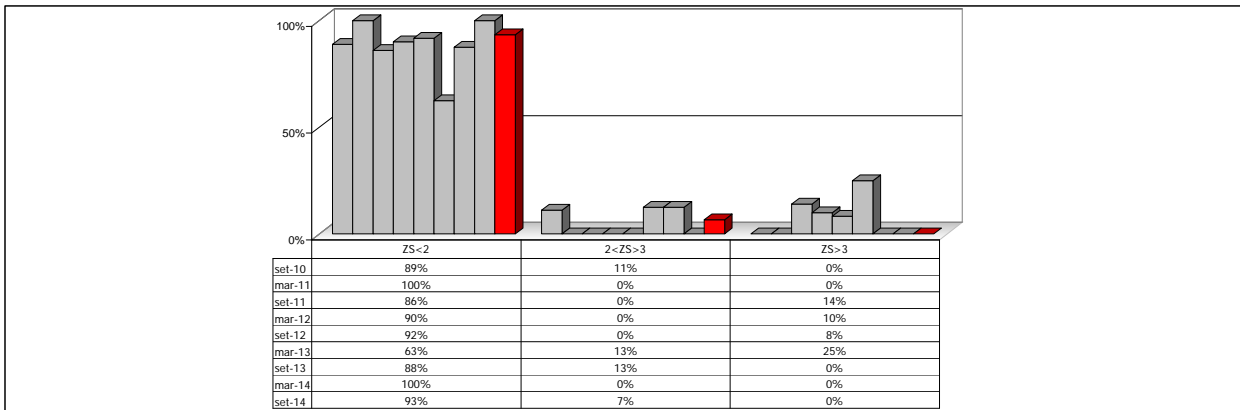


# ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI



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





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
SETTEMBRE '14

# ELISA CON VAL ASS HPLC

