



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

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

RING TEST AFLATOSSINA B1

SETTEMBRE 2013

LOTTO RTB1 260913

VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail 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 = media dei risultati di analisi per laboratorio - VAL ASS/ 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.

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

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

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	25,80
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	45,00
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	58,00
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	31,80	33,10	51,83	32,310	13,00
1	10,00	8,10	<5	15,00	12,78	12,82	7,91	8,55	9,99	10,29	10,06	9,71	N.Q. < 10	< 6	15,38	7,230	25,00
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	15,60	21,75	14,680	43,00
3	45,00	45,40	34,40	32,00	29,79	43,40	26,07	28,32	29,97	37,96	32,66	28,13	26,30	34,40	36,74	26,000	55,00
4	32,00	61,20	24,50	48,00	30,76	52,04	38,53	39,65	37,96	41,65	39,16	33,98	33,70	41,20	52,08	30,450	

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68	MEDIA	MIN	MAX	ST	VALORE ASSEGNATO
1	10,50	9,61	10,14	13,00	13,98	12,67	7,84	8,58	9,99	10,29	9,90	8,22	10,14	10,14	14,55	7,50	12,50	10,72	7,50	14,55	2,25	10,14
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	15,92	25,00	18,36	11,30	27,49	4,23	17,06
3	43,00	42,40	35,60	34,50	28,93	43,35	23,75	29,28	28,97	37,14	33,15	28,64	26,85	30,25	37,04	26,71	44,60	33,76	23,75	44,00	6,54	33,15
4	32,50	63,85	27,15	44,00	32,69	53,48	39,37	39,01	36,96	41,75	40,36	34,47	33,66	37,15	51,96	31,38	56,96	40,64	27,15	63,85	10,00	39,01
m diff	25,63	35,84	21,65	27,25	24,89	32,37	21,90	23,56	22,97	27,08	25,26	22,21	20,83	23,15	31,36	20,35	34,50	26,80	20,35	35,84	4,90	25,44

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

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	1,207	1,116	-1,023	-0,693	-0,067	0,067	-0,108	-0,008	0,000	0,000	1,963	-1,177	1,051
ZS CAMP 2	-0,152	2,466	-1,362	0,104	1,632	0,925	-0,101	0,000	-0,255	0,301	0,139	-0,131	-0,794	-0,475	1,141	-0,294	1,878
ZS CAMP 3	1,507	1,111	0,374	0,206	-0,616	1,560	-1,139	-0,516	-1,641	0,640	0,000	-0,090	-0,964	-0,444	0,595	-0,987	1,660
ZS CAMP 4	-0,652	2,484	-1,187	0,499	-0,633	0,346	0,036	0,000	-0,206	0,273	0,134	-0,455	-0,637	-0,186	1,294	-0,764	1,749
ZS LAB	0,017	2,120	-0,897	0,369	-0,114	1,413	-0,224	-0,384	-0,514	-0,335	-0,037	-0,660	-0,940	-0,469	1,207	-1,040	1,848

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

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	3,81	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	-0,56	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
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 2013

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

A.S.S.A.M- Centro Agrochimico Regionale
AGRICOLA TRE VALLI SOC. COOP
AGRIZOOTEC
ASS. PROVINCIALE ALLEVATORI POTENZA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI ORISTANO
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO
CAMPOVERDE SpA AGRICOLA
CASTALAB
CENTRO ANALISI CAIM
EOS SNC DI MAMBELLI E FRANCAVILLA
EUROQUALITY
IST. ZOOPROFILATTICO SASSARI
LABORATORIO ANALISI SETTIMELLI
LABORATORIO PASTEUR
LABORATORIO STANDARD LATTE
PA.L.MER
STUDIO ASSOCIATO FREGNI E FERRARI
UNIVERSITA' CATTOLICA DEL SACRO CUORE PIACENZA

Laboratori partecipanti	19
Sessioni di lavoro per HPLC	13
Sessioni di lavoro per ELISA	9
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	24 settembre
Data indicata per l'invio dei risultati	08 ottobre
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	86%
Ultimi risultati ricevuti	10 ottobre
Invio delle elaborazioni statistiche	15 ottobre
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	21
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
BIOCONTROL SYSTEM	11%
HELICA	11%
R-BIOPHARM	44%
TECNA	33%



INCERTEZZA DI MISURA

aflatossina B1 $\mu\text{g/kg}$								
Camp.	Val. ass. HPLC	Oss	IC	$\pm U$	Val. ass. ELISA	Oss	IC	$\pm U$
1	30,35	13	1,81	3,62	27,26	9	4,72	9,45
2	14,25	13	0,87	1,73	13,50	9	2,32	4,65
3	8,27	13	0,53	1,06	9,74	8	0,70	1,40

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.

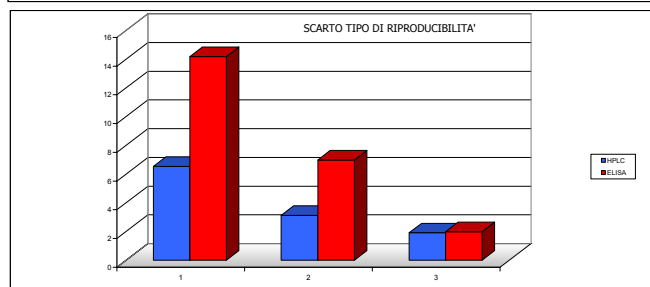
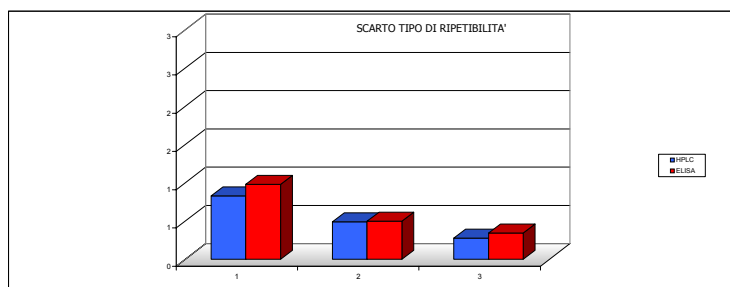
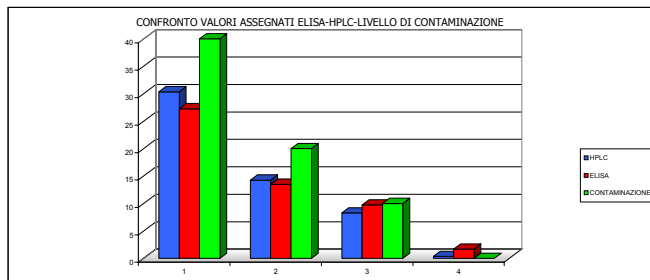
$\pm U$: Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore dell'intervallo di confidenza $p = 95\%$ $k = 2$.



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' SETTEMBRE 2013

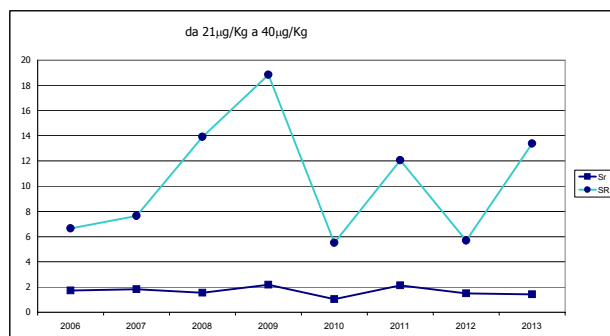
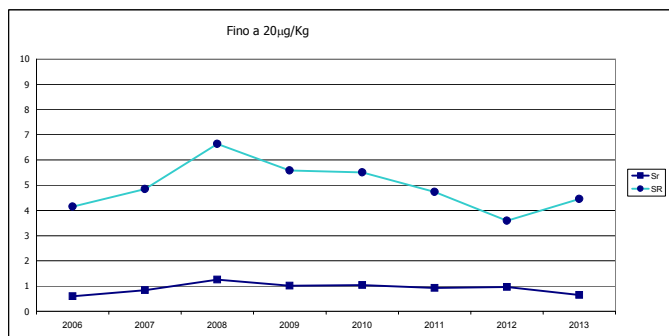
Campione	HPLC			ELISA			LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
	val. ass.	S _r	S _R	val. ass.	S _r	S _R	
1	30,35	0,83	6,53	27,26	0,98	14,17	40
2	14,25	0,49	3,12	13,50	0,50	6,97	20
3	8,27	0,28	1,91	9,74	0,35	1,98	10
4	0,35	--	--	1,69	--	--	--



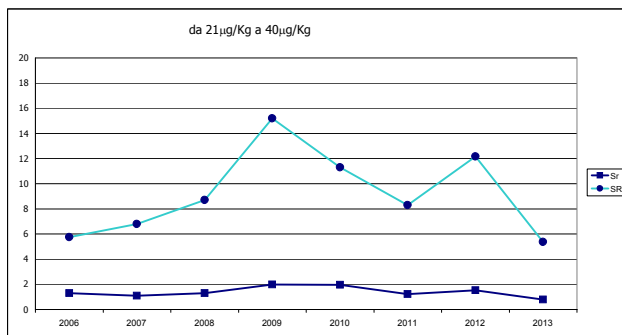
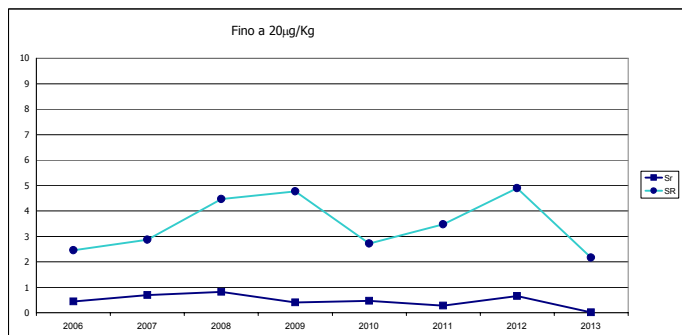
LEGENDA
r
R
S_r
S_R
ripetibilità
riproducibilità
scarto tipo della ripetibilità
scarto tipo della riproducibilità

ANDAMENTO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2013

ELISA



HPLC





RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

ORDINAMENTO DEI LABORATORI

HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	6	0,69	8%
2	5	0,84	15%
3	11	0,89	23%
4	10	2,15	31%
5	1	2,23	38%
6	19	2,41	46%
7	7	2,66	54%
8	16	3,05	62%
9	8	3,22	69%
10	13	4,35	77%
11	14	5,08	85%
12	4	6,51	92%
13	9	11,25	100%

ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	11	2,10	11%
2	20	3,08	22%
3	21	4,88	33%
4	2	5,70	44%
5	22	6,66	56%
6	15	10,39	67%
7	12	11,29	78%
8	17	13,03	89%
9	3	22,01	100%

HPLC ED ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	6	0,28	5%
2	11	0,77	9%
3	11	1,17	14%
4	5	1,22	18%
5	10	1,72	23%
6	19	1,98	27%
7	1	2,18	32%
8	7	3,10	36%
9	20	3,32	41%
10	16	3,51	45%
11	8	3,54	50%
12	14	4,57	55%
13	13	4,76	59%
14	22	5,13	64%
15	21	6,36	68%
16	4	6,92	73%
17	2	7,22	77%
18	15	9,31	82%
19	9	10,75	86%
20	17	11,44	91%
21	12	12,88	95%
22	3	23,83	100%

ELISA CONFRONTATO CON VAL. ASS. HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	11	1,40	11%
2	20	3,73	22%
3	22	4,67	33%
4	21	6,93	44%
5	2	7,80	56%
6	15	9,10	67%
7	17	10,89	78%
8	12	13,43	89%
9	3	24,37	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



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

HPLC

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	13	29,73	2,35	18,48	0,83	6,53	2,79	21,97	21,79	
2	13	15,26	1,39	8,84	0,49	3,12	3,22	20,46	20,20	
3	13	8,37	0,79	5,41	0,28	1,91	3,34	22,81	22,57	
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

* CAMPIONE NEGATIVO

NON CI SONO LABORATORI OUTLIERS

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2013

HPLC	S_r	S_R
fino a 20 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	0,54	3,62
da 21 a 40 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	1,45	9,74

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

Unità di misura: µg/kg

codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19
1	30,00	38,80	30,24	30,40	33,26	33,46	12,90	27,23	30,41	36,18	23,70	34,59	27,00
2	17,10	20,10	14,45	13,50	16,63	18,40	8,50	14,02	12,58	18,55	12,60	16,77	14,00
3	10,40	11,50	7,19	8,10	8,53	9,48	4,90	7,53	8,30	10,51	6,60	8,68	7,00
4	0,40	0,20	0,25	0,20	0,33	0,38	<0,5	0,38	0,66	<1,5	<1	1,11	0,35
1	31,60	39,10	30,45	28,20	33,93	33,61	14,10	27,04	28,63	35,89	21,50	34,26	26,54
2	16,90	20,30	13,98	15,00	17,63	18,41	8,70	13,59	13,60	18,06	13,00	17,31	13,12
3	10,90	11,60	6,82	8,20	9,10	9,53	4,50	6,70	8,23	10,45	6,90	9,24	6,82
4	0,30	0,20	0,23	0,16	0,31	0,37	<0,5	0,34	0,79	<1,5	<1	1,34	0,36

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	30,80	38,95	30,35	29,30	33,60	33,54	13,50	27,14	29,52	36,04	22,60	34,43	26,77	29,73	13,50	38,95	6,50	30,35	40 20 10 --
2	17,00	20,20	14,22	14,25	17,13	18,41	8,60	13,81	13,09	18,31	12,80	17,04	13,56	15,26	8,60	20,20	3,10	14,25	
3	10,65	11,55	7,01	8,15	8,82	9,51	4,70	7,12	8,27	10,48	6,75	8,96	6,91	8,37	4,70	11,55	1,90	8,27	
4	0,35	0,20	0,24	0,18	0,32	0,37	<0,5	0,36	0,73	<1,5	<1	1,23	0,36	0,43	0,18	1,23	0,32	0,35	
m lab	19,48	23,57	17,19	17,23	19,85	20,48	8,93	16,02	16,96	21,61	14,05	20,14	15,75	17,79	8,93	23,57	4,30	17,23	-
% recupero	98%	84%	108%	80%	100%	--	91%	91%	80%	80%	70-110%	90%	82%						

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19
ZS CAMP 1	0,070	1,323	0,000	-0,161	0,500	0,490	-2,590	-0,493	-0,127	0,875	-1,191	0,627	-0,550
ZS CAMP 2	0,886	1,918	-0,011	0,000	0,928	1,339	-1,821	-0,143	-0,374	1,307	-0,467	0,899	-0,222
ZS CAMP 3	1,255	1,729	-0,663	-0,061	0,289	0,653	-1,876	-0,605	0,000	1,166	-0,797	0,366	-0,713
ZS LAB	0,523	1,472	-0,010	0,000	0,607	0,755	-1,929	-0,282	-0,064	1,016	-0,740	0,676	-0,346

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19
1	0,46	8,61	0,00	-1,05	3,25	3,19	-16,85	-3,21	-0,82	5,69	-7,75	4,08	-3,58
2	2,75	5,95	-0,04	0,00	2,88	4,16	-5,65	-0,45	-1,16	4,06	-1,45	2,79	-0,69
3	2,39	3,29	-1,26	-0,12	0,55	1,24	-3,57	-1,15	0,00	2,22	-1,52	0,70	-1,36
m diff	1,86	5,95	-0,43	-0,39	2,23	2,86	-8,69	-1,60	-0,66	3,99	-3,57	2,52	-1,87
st diff	1,23	2,66	0,72	0,57	1,46	1,48	7,14	1,44	0,60	1,74	3,62	1,71	1,51
D	2,23	6,51	0,84	0,69	2,66	3,22	11,25	2,15	0,89	4,35	5,08	3,05	2,41
SLOPE	0,90	1,23	1,05	0,95	1,10	1,06	0,38	0,89	0,97	1,15	0,70	1,14	0,88
BIAS	3,61	1,98	-1,24	0,44	0,44	1,85	2,26	0,33	-0,22	1,42	1,80	0,09	0,19
CORREL.	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,99	0,98	1,00	1,00	1,00	0,99	1,00	1,00

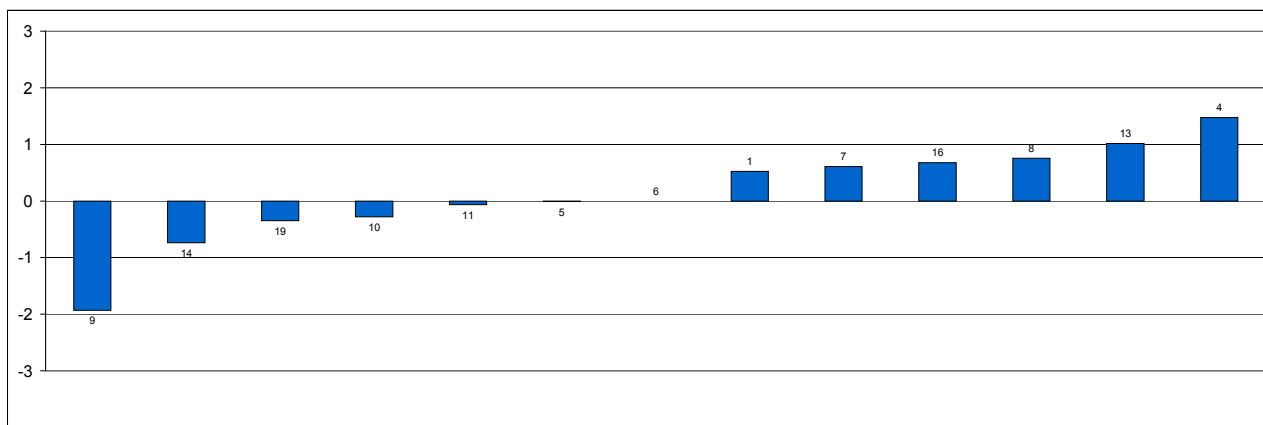
* CONTAMINAZIONE: LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE



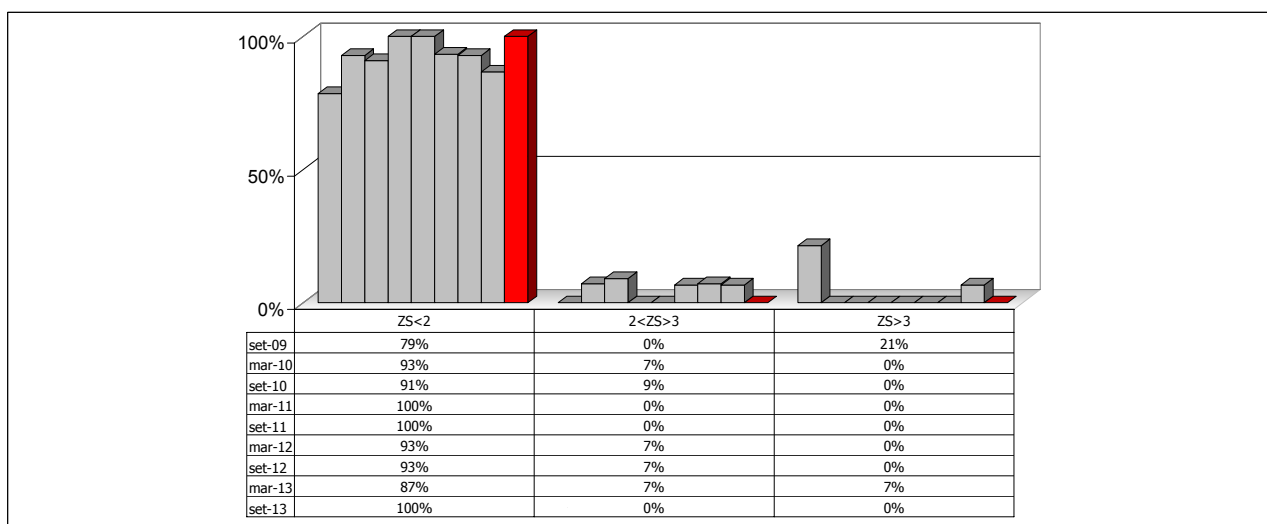
RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



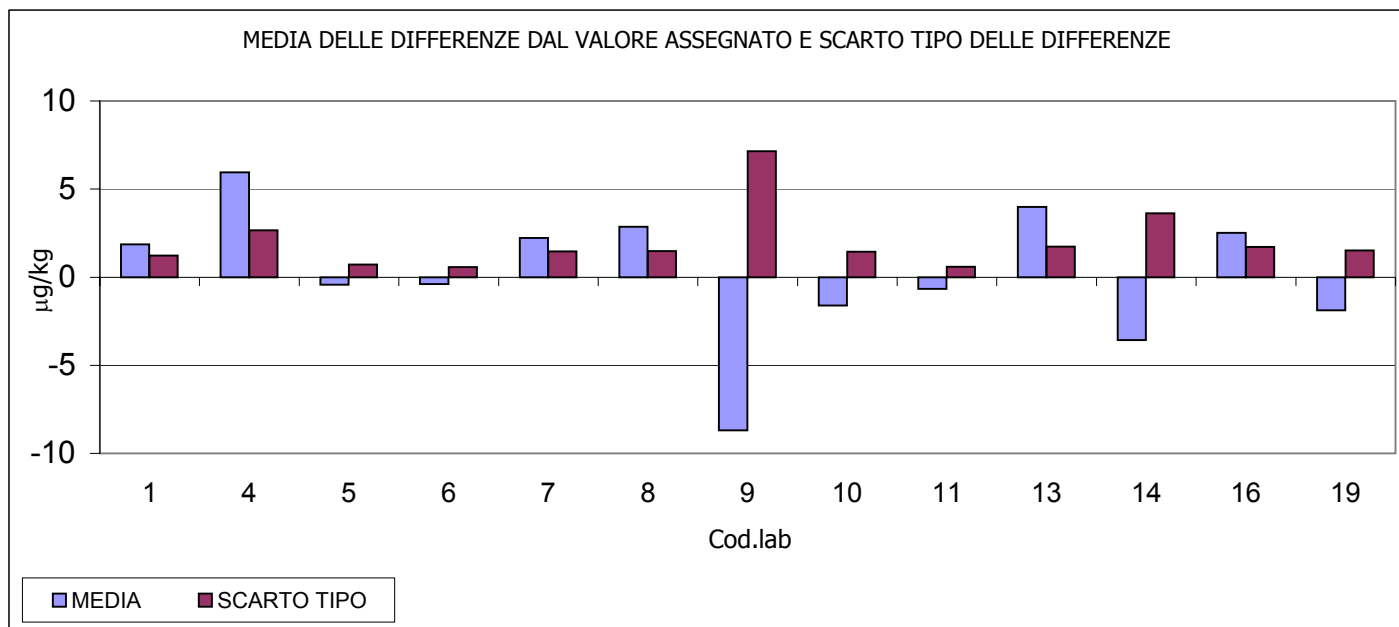
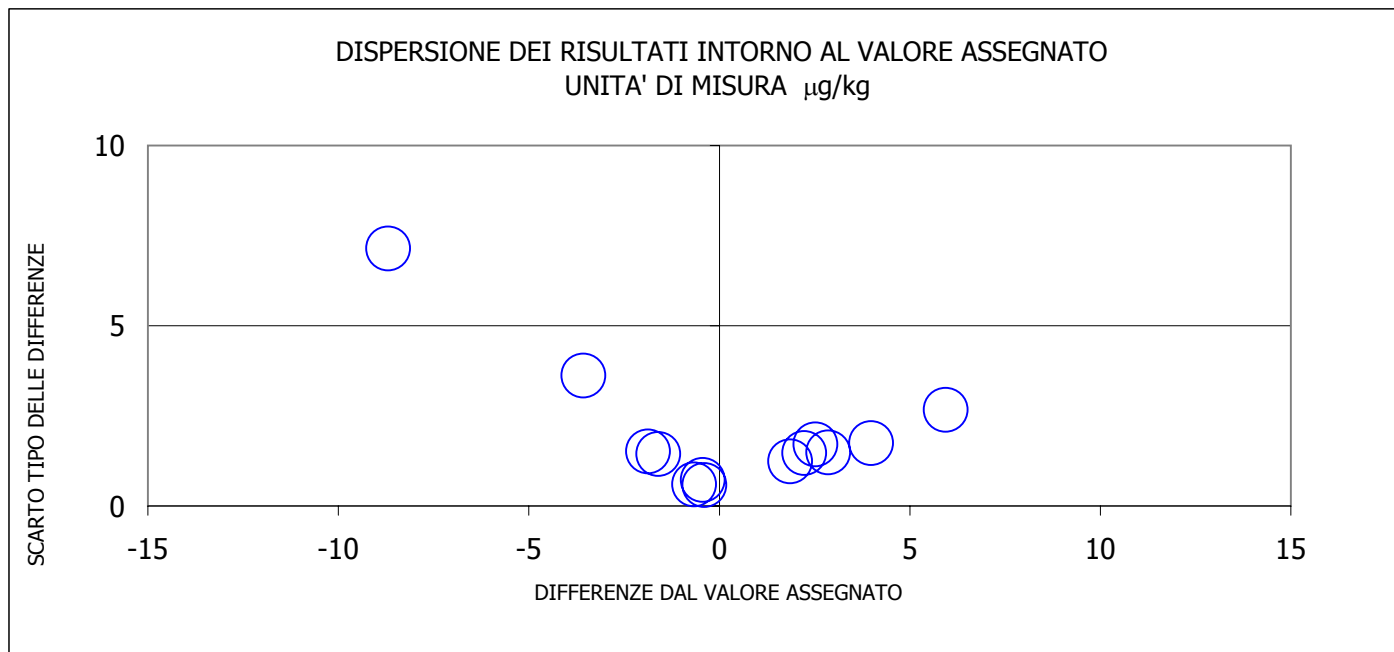
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC





RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

ELISA

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

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab Out
1	9	25,44	2,78	40,11	0,98	14,17	3,87	55,72	55,58	
2	9	14,24	1,41	19,73	0,50	6,97	3,49	48,94	48,82	
3	8	9,37	0,98	5,61	0,35	1,98	3,70	21,17	20,85	
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

* CAMPIONE NEGATIVO

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	3	25,00	26,40	Outlier per Test di Grubbs

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2013

ELISA	S_r	S_R
fino a 20 $\mu\text{g/Kg}$	0,93	5,02
da 21 a 40 $\mu\text{g/Kg}$	1,71	11,39

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	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	1,76	--	2,50	0,80	--	3,10	1,19	<m	36,252
2	13,73	7,00	13,10	7,60	9,90	27,60	10,76	8,63	18,34
3	41,47	19,00	26,40	17,80	14,30	37,80	38,56	28,94	10,35
4	56,33	32,00	40,60	34,50	20,50	57,80	44,16	32,08	<1
1	1,63	--	1,90	0,90	--	2,90	1,33	<m	37,56
2	13,08	7,00	10,50	7,80	9,20	29,30	12,56	8,42	17,34
3	40,26	18,00	27,30	17,50	14,90	39,10	39,32	28,94	10,29
4	57,82	31,00	43,80	29,10	20,10	61,00	47,47	32,39	1,69

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	21	3	11	12	15	17	20	2	22	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	19,85	2,50	28,50	10,24	38,13	46,95	27,26	18,61	36,91	25,44	2,50	46,95	14,16	27,26	40
2	12,99	1,25	13,50	8,43	26,49	16,23	18,15	13,32	17,84	14,24	1,25	26,49	6,96	13,50	20
3	8,13	25,70	7,00	7,77	13,23	9,74	10,24	8,54	10,32	11,18	7,00	25,70	5,75	9,74	10
4	2,97	0,75	<1	5,20	1,18	0,89	<1	2,97	1,69	2,24	0,75	5,20	1,60	1,69	--
m lab	13,66	9,82	16,33	8,81	25,95	24,31	18,55	13,49	21,69	16,95	8,81	25,95	9,69	16,33	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	21	3	11	12	15	17	20	2	22
ZS CAMP 1	-0,523	-1,749	0,088	-1,202	0,768	1,391	0,000	-0,611	0,682
ZS CAMP 2	-0,074	-1,760	0,000	-0,729	1,866	0,392	0,668	-0,026	0,623
ZS CAMP 3	-0,279	2,778	-0,476	-0,343	0,608	0,000	0,088	-0,209	0,101
ZS LAB	-0,276	-0,672	0,000	-0,776	0,992	0,822	0,229	-0,293	0,552

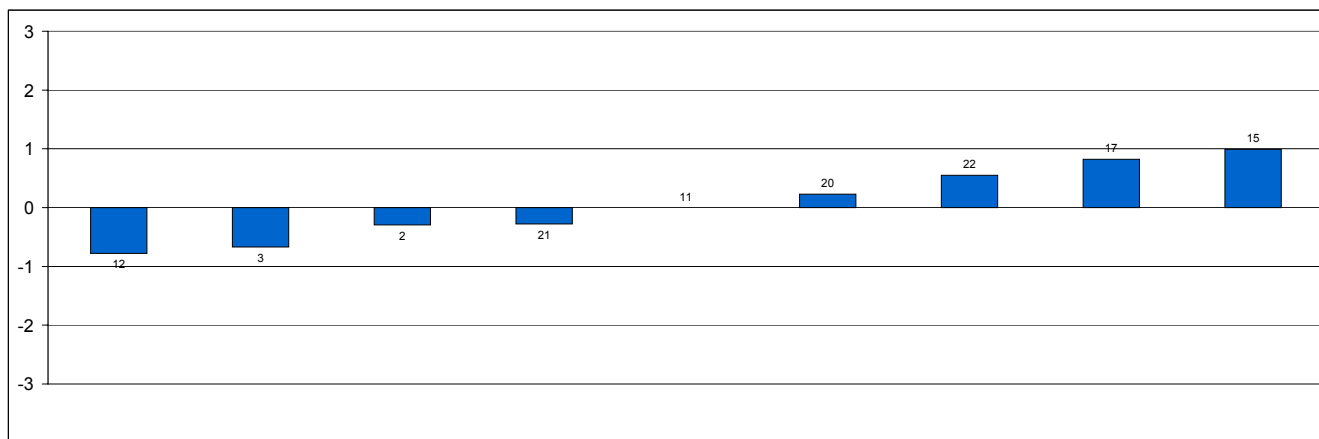
DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	-7,41	-24,76	1,25	-17,02	10,88	19,70	0,00	-8,65	9,65
2	-0,52	-12,25	0,00	-5,08	12,99	2,73	4,65	-0,18	4,34
3	-1,61	15,97	-2,74	-1,97	3,50	0,00	0,51	-1,20	0,58
m diff	-3,18	-7,01	-0,50	-8,02	9,12	7,48	1,72	-3,34	4,86
st diff	3,70	20,86	2,04	7,95	4,98	10,67	2,55	4,62	4,56
D	4,88	22,01	2,10	11,29	10,39	13,03	3,08	5,70	6,66
SLOPE	0,62	-0,94	1,19	0,14	1,27	2,15	0,89	0,52	1,48
BIAS	3,17	25,69	-3,70	6,48	4,64	-11,94	3,60	4,67	-3,26
CORREL.	0,98	-0,63	1,00	1,00	0,94	1,00	0,96	0,96	1,00

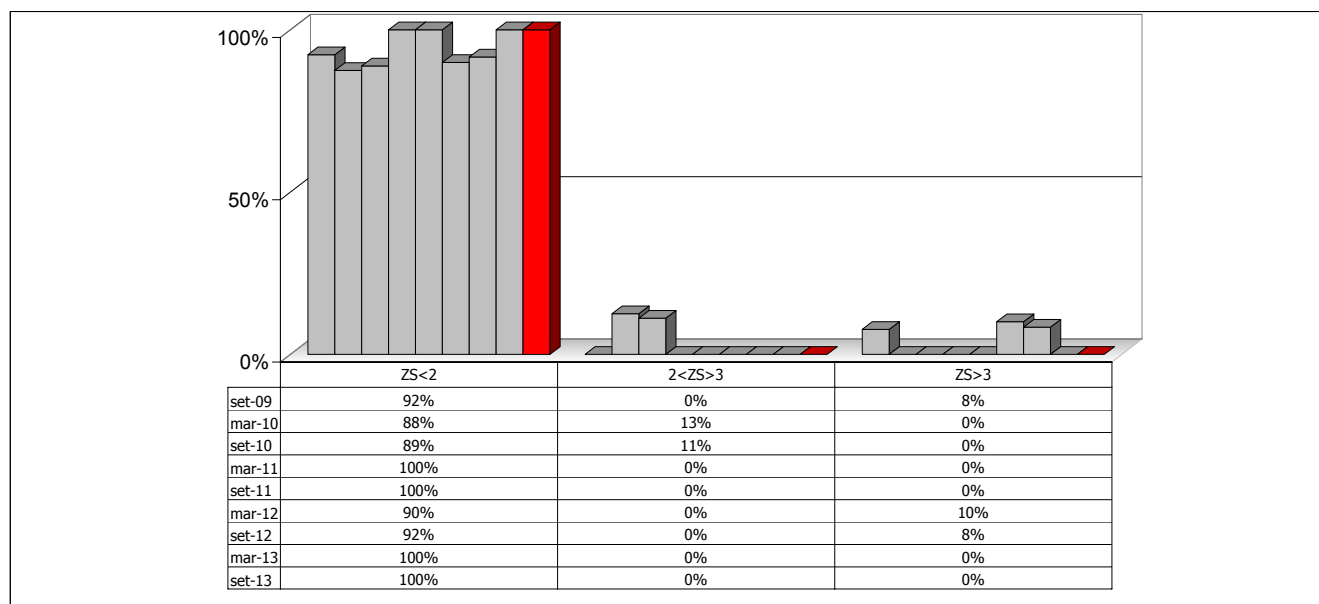
*CONTAMINAZIONE: LIVELLO IDEALE DI CONTAMINAZIONE

ELISA - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA



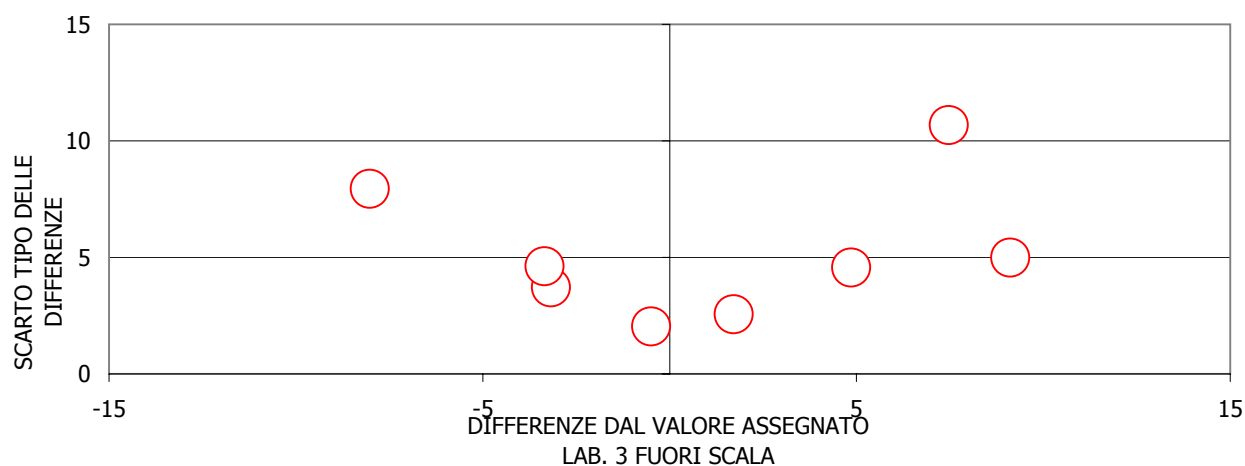


**RING TEST
AFLOATOSSINA B1
SETTEMBRE '13**

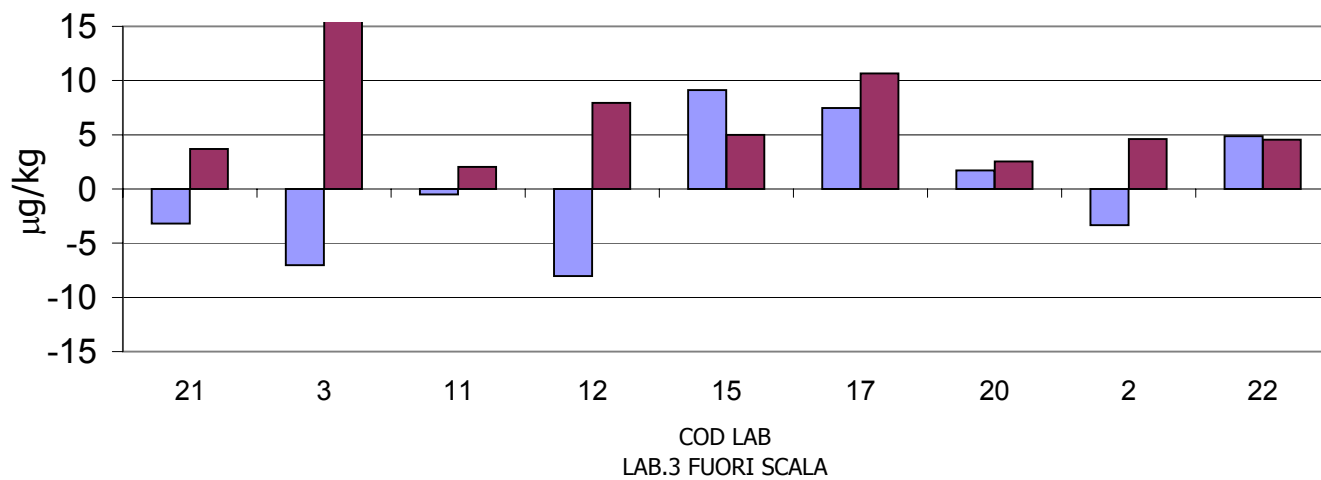
ELISA

DISPERSIONE DEI RISULTATI INTORNO AL VALORE ASSEGNATO

UNITA' DI MISURA $\mu\text{g/kg}$



MEDIA DELLE DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO E SCARTO TIPO DELLE DIFFERENZE



■ MEDIA ■ SCARTO TIPO



**RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13**

ELISA e HPLC

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

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab out
1	22	27,98	2,53	29,08	0,90	10,28	3,20	36,73	36,59		
2	22	14,85	1,40	13,97	0,49	4,94	3,33	33,24	33,07		
3	21	8,75	0,87	5,53	0,31	1,95	3,50	22,31	22,04		!
4*											

* CAMPIONE NEGATIVO

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	3	25,00	26,40	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	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	30,00	38,80	30,24	30,40	33,26	33,46	12,90	27,23	30,41	36,18	23,70	34,59	27,00	19,03	2,40	28,00	11,39	38,13	48,05	27,66	19,14	36,252
2	17,10	20,10	14,45	13,50	16,63	18,40	8,50	14,02	12,58	18,55	12,60	16,77	14,00	12,75	1,40	14,00	8,10	26,49	16,81	18,25	13,03	18,34
3	10,40	11,50	7,19	8,10	8,53	9,48	4,90	7,53	8,30	10,51	6,60	8,68	7,00	8,00	25,00	7,00	8,33	13,46	9,54	10,43	8,41	10,35
4	0,40	0,20	0,25	0,20	0,33	0,38	<0,5	0,38	0,66	<1,5	<1	1,11	0,35	3,04	0,70	0,00	5,81	1,14	0,99	0,00	3,04	<5
1	31,60	39,10	30,45	28,20	33,93	33,61	14,10	27,04	28,63	35,89	21,50	34,26	26,54	20,67	2,60	29,00	9,08	38,13	45,85	26,85	18,08	37,56
2	16,90	20,30	13,98	15,00	17,63	18,41	8,70	13,59	13,60	18,06	13,00	17,31	13,12	13,22	1,10	13,00	8,75	26,49	15,65	18,05	13,61	17,34
3	10,90	11,60	6,82	8,20	9,10	9,53	4,50	6,70	8,23	10,45	6,90	9,24	6,82	8,26	26,40	7,00	7,20	13,00	9,93	10,05	8,66	10,29
4	0,30	0,20	0,23	0,16	0,31	0,37	<0,5	0,34	0,79	<1,5	<1	1,34	0,36	2,90	0,80	0,00	4,58	1,22	0,79	0,00	2,90	1,69

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	21	3	11	12	15	17	20	2	22	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
1	30,80	38,95	30,35	29,30	33,60	33,54	13,50	27,14	29,52	36,04	22,60	34,43	26,77	19,85	2,50	28,50	10,24	38,13	46,95	27,26	18,61	36,91	29,19	10,24	46,95	8,74	29,52
2	17,00	20,20	14,22	14,25	17,13	18,41	8,60	13,81	13,09	18,31	12,80	17,04	13,56	12,99	1,25	13,50	8,43	26,49	16,23	18,15	13,32	17,84	15,49	8,43	26,49	3,97	14,25
3	10,65	11,55	7,01	8,15	8,82	9,51	4,70	7,12	8,27	10,48	6,75	8,96	6,91	8,13	25,70	7,00	7,77	13,23	9,74	10,24	8,54	10,32	8,75	4,70	13,23	1,94	8,54
4	0,35	0,20	0,24	0,18	0,32	0,37	<0,5	0,36	0,73	<1,5	<1	1,23	0,36	2,97	0,75	0,00	5,20	1,18	0,89	0,00	2,97	1,69	1,05	0,00	5,20	1,33	0,37
m lab	19,48	23,57	17,19	17,23	19,85	20,48	8,93	16,02	16,96	21,61	14,05	20,14	15,75	13,66	9,82	16,33	8,81	25,95	24,31	18,55	13,49	21,69	17,81	8,81	25,95	5,66	17,23

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

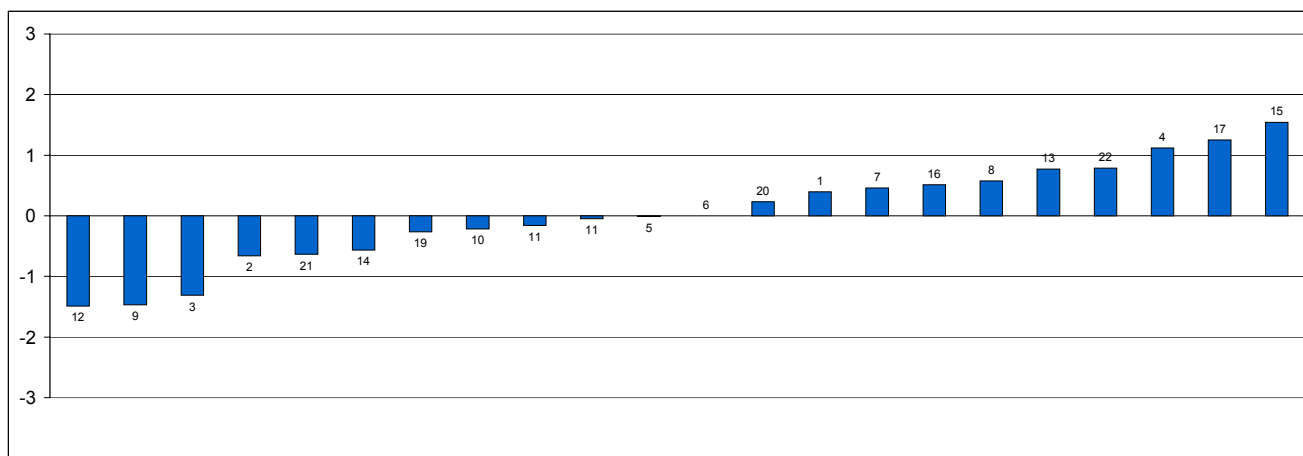
codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	21	3	11	12	15	17	20	2	22
ZS CAMP 1	0,146	1,078	0,094	-0,025	0,466	0,459	-1,832	-0,273	0,000	0,745	-0,791	0,561	-0,315	-1,106	-3,090	-0,117	-2,206	0,985	1,993	-0,259	-1,248	0,845
ZS CAMP 2	0,693	1,499	-0,009	0,000	0,726	1,047	-1,423	-0,112	-0,292	1,021	-0,365	0,703	-0,174	-0,319	-3,275	-0,189	-1,467	3,083	0,499	0,982	-0,234	0,904
ZS CAMP 3	1,090	1,553	-0,788	-0,198	0,144	0,500	-1,976	-0,732	-0,139	1,002	-0,920	0,219	-0,837	-0,209	8,844	-0,791	-0,397	2,419	0,618	0,878	0,000	0,918
ZS LAB	0,398	1,120	-0,008	0,000	0,462	0,574	-1,467	-0,215	-0,049	0,773	-0,563	0,514	-0,263	-0,633	-1,311	-0,159	-1,489	1,541	1,250	0,232	-0,662	0,787

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

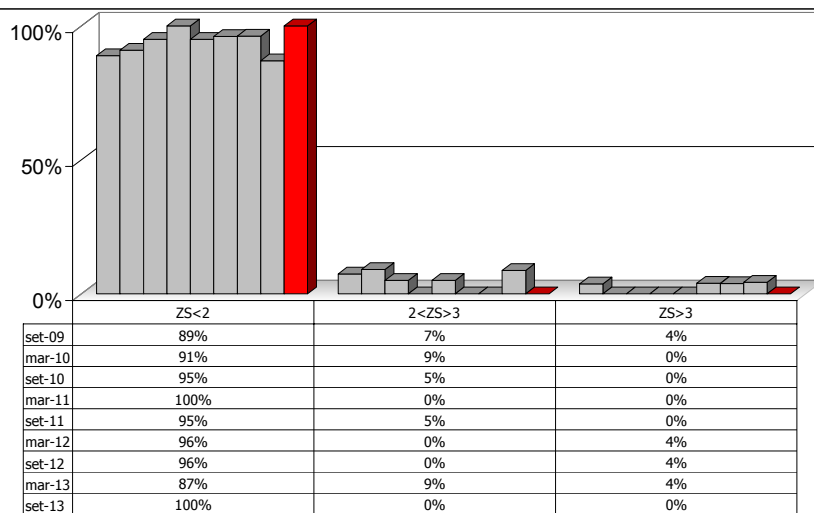
codice	1	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	1,28	9,43	0,82	-0,22	4,08	4,02	-16,02	-2,39	0,00	6,52	-6,92	4,91	-2,75	-9,67	-27,02	-1,02	-19,29	8,61	17,43	-2,27	-10,91	7,39
2	2,75	5,95	-0,04	0,00	2,88	4,16	-5,65	-0,45	-1,16	4,06	-1,45	2,79	-0,69	-1,27	-13,00	-0,75	-5,83	12,24	1,98	3,90	-0,93	3,59
3	2,12	3,02	-1,53	-0,39	0,28	0,97	-3,84	-1,42	-0,27	1,95	-1,79	0,43	-1,63	-0,41	17,17	-1,54	-0,77	4,70	1,20	1,71	0,00	1,78
m diff	2,05	6,13	-0,25	-0,20	2,41	3,05	-8,50	-1,42	-0,48	4,17	-3,39	2,71	-1,69	-3,78	-7,62	-1,10	-8,63	8,52	6,87	1,11	-3,95	4,25
st diff	0,74	3,21	1,19	0,19	1,94	1,80	6,57	0,97	0,61	2,29	3,07	2,24	1,03	5,12	22,58	0,40	9,57	3,77	9,15	3,12	6,05	2,86
D	2,18	6,92	1,22	0,28	3,10	3,54	10,75	1,72	0,77	4,76	4,57	3,51	1,98	6,36	23,83	1,17	12,88	9,31	11,44	3,32	7,22	5,13
SLOPE	0,949	1,290	1,101	1,003	1,160	1,113	0,399	0,937	1,026	1,206	0,732	1,198	0,930	0,536	-0,860	1,016	0,118	1,099	1,823	0,766	0,452	1,263
BIAS	2,946	1,082	-2,002	-0,259	-0,372	1,072	1,977	-0,323	-0,928	0,579	1,290	-0,745	-0,461	4,310	24,815	-1,377	6,753	6,791	-7,473	5,185	5,599	-0,339
CORREL.	0,999	0,999	0,999	1,000	0,998	0,994	0,982	0,998	0,999	0,999	0,993	0,999	0,998	0,987	-0,678	0,999	1,000	0,957	0,995	0,977	0,974	1,000

ELISA ED HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



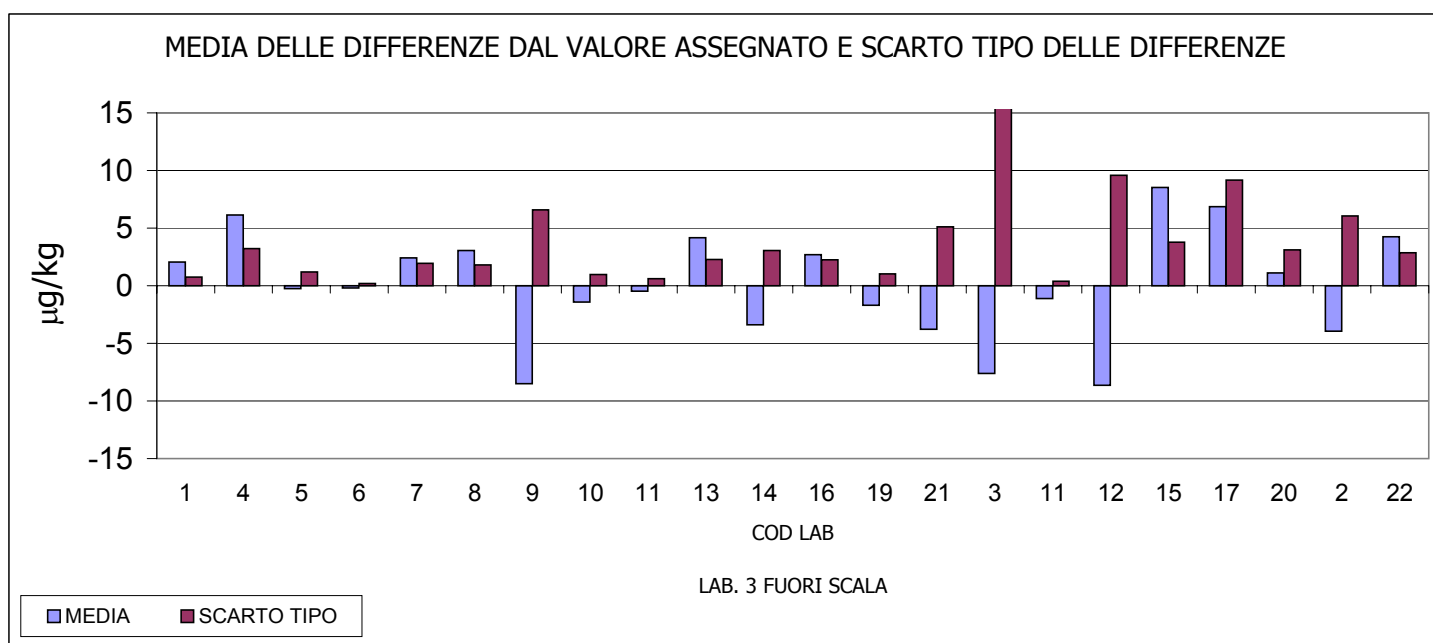
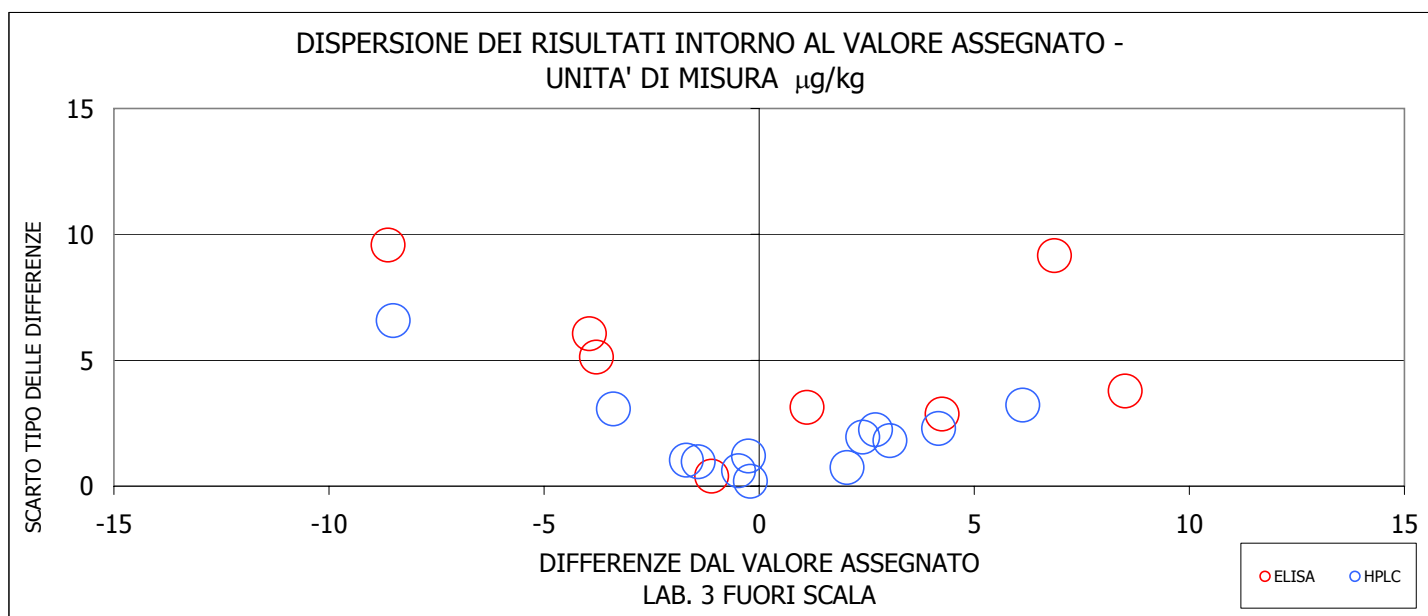
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

ELISA ED HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '13
Unità di misura: µg/kg

ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC

cod	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	19,03	2,40	28,00	11,39	38,13	48,05	27,66	19,14	36,252
2	12,75	1,40	14,00	8,10	26,49	16,81	18,25	13,03	18,34
3	8,00	25,00	7,00	8,33	13,46	9,54	10,43	8,41	10,35
4	3,04	0,70	<1	5,81	1,14	0,99	<1	3,04	<1
1	20,67	2,60	29,00	9,08	38,13	45,85	26,85	18,08	37,56
2	13,22	1,10	13,00	8,75	26,49	15,65	18,05	13,61	17,34
3	8,26	26,40	7,00	7,20	13,00	9,93	10,05	8,66	10,29
4	2,90	0,80	<1	4,58	1,22	0,79	<1	2,90	1,69

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

cod	21	3	11	12	15	17	20	2	22	MEDIA	MIN	MAX	ST HPLC	VAL. ASS HPLC
1	19,85	2,50	28,50	10,24	38,13	46,95	27,26	18,61	36,91	29,69	10,24	46,95	6,50	30,35
2	12,99	1,25	13,50	8,43	26,49	16,23	18,15	13,32	17,84	16,23	8,43	26,49	3,10	14,25
3	8,13	25,70	7,00	7,77	13,23	9,74	10,24	8,54	10,32	9,49	7,00	13,23	1,90	8,27
4	2,97	0,75	<1	5,20	1,18	0,89	<1	2,97	1,69	2,24	0,75	5,20	0,32	0,35
m lab	13,66	9,82	16,33	8,81	25,95	24,31	18,55	13,49	21,69	18,47	8,81	25,95	4,30	17,23

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

cod	21	3	11	12	15	17	20	2	22
ZS CAMP 1	-1,613	-4,281	-0,284	-3,092	1,197	2,553	-0,475	-1,804	1,009
ZS CAMP 2	-0,408	-4,190	-0,242	-1,878	3,945	0,638	1,257	-0,300	1,156
ZS CAMP 3	-0,071	9,176	-0,666	-0,263	2,613	0,774	1,039	0,142	1,080
ZS LAB	-0,832	-1,724	-0,209	-1,958	2,026	1,643	0,306	-0,870	1,035

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

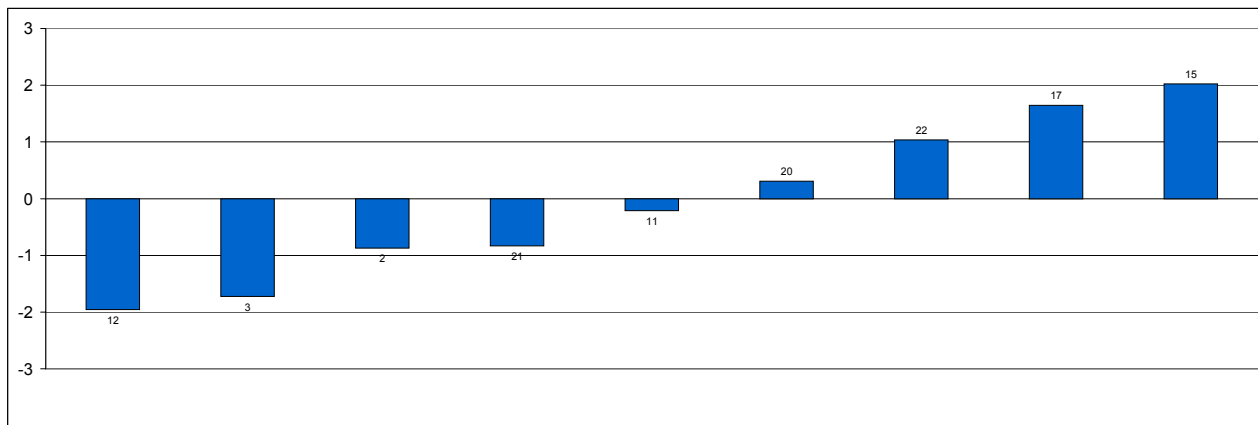
cod	21	3	11	12	15	17	20	2	22
1	-10,50	-27,85	-1,85	-20,11	7,79	16,61	-3,09	-11,74	6,56
2	-1,27	-13,00	-0,75	-5,83	12,24	1,98	3,90	-0,93	3,59
3	-0,14	17,44	-1,27	-0,50	4,97	1,47	1,98	0,27	2,05
m diff	-3,97	-7,80	-1,29	-8,81	8,33	6,69	0,93	-4,13	4,07
st diff	5,68	23,08	0,55	10,14	3,67	8,59	3,61	6,61	2,29
D	6,930	24,366	1,398	13,434	9,102	10,888	3,728	7,797	4,669
SLOPE	0,509	-0,816	0,965	0,112	1,044	1,732	0,728	0,430	1,200
BIAS	4,684	24,195	-0,671	6,835	7,562	-6,211	5,721	5,916	0,539
CORREL.	0,987	-0,677	0,999	1,000	0,957	0,995	0,976	0,974	1,000



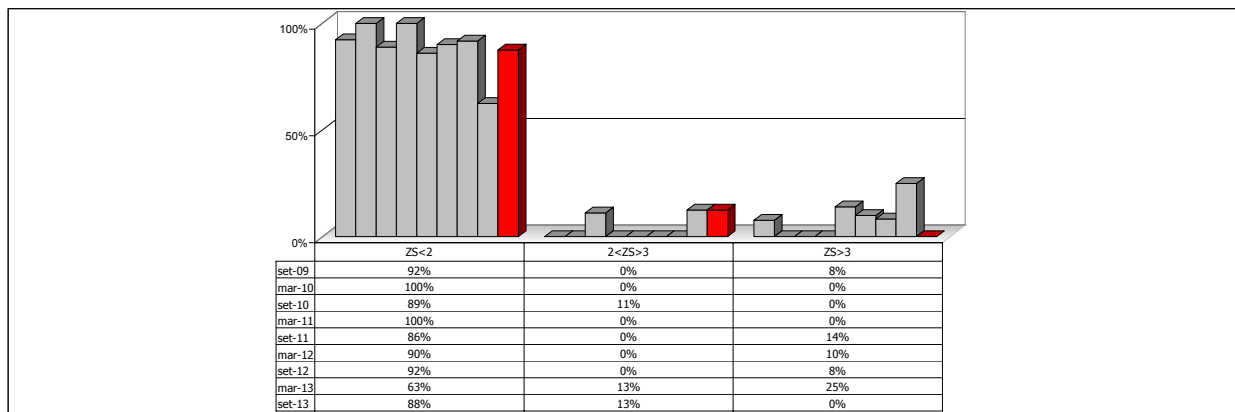
RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '13

ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



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

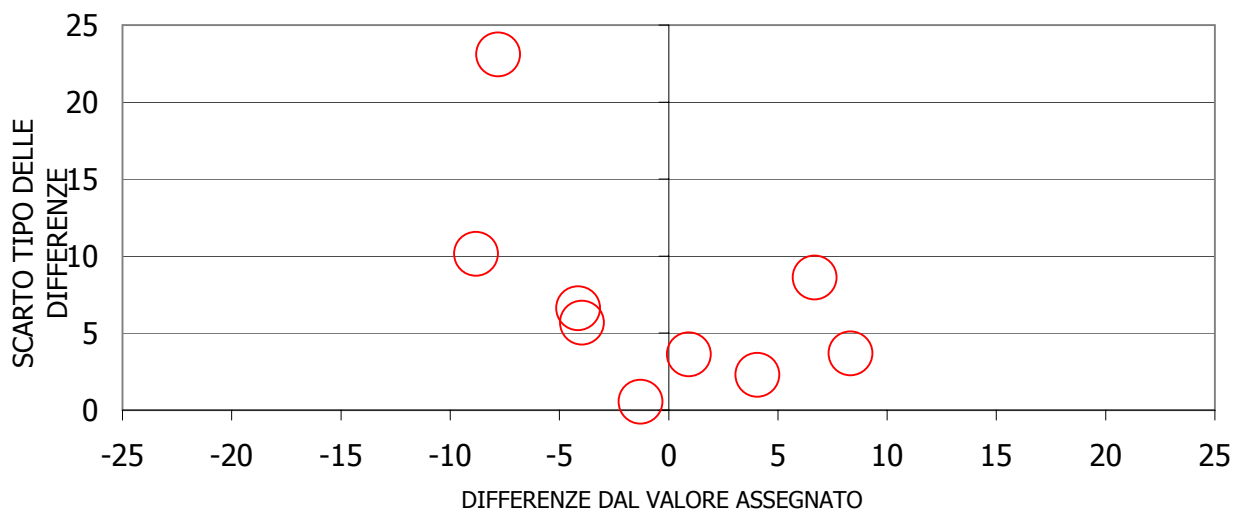




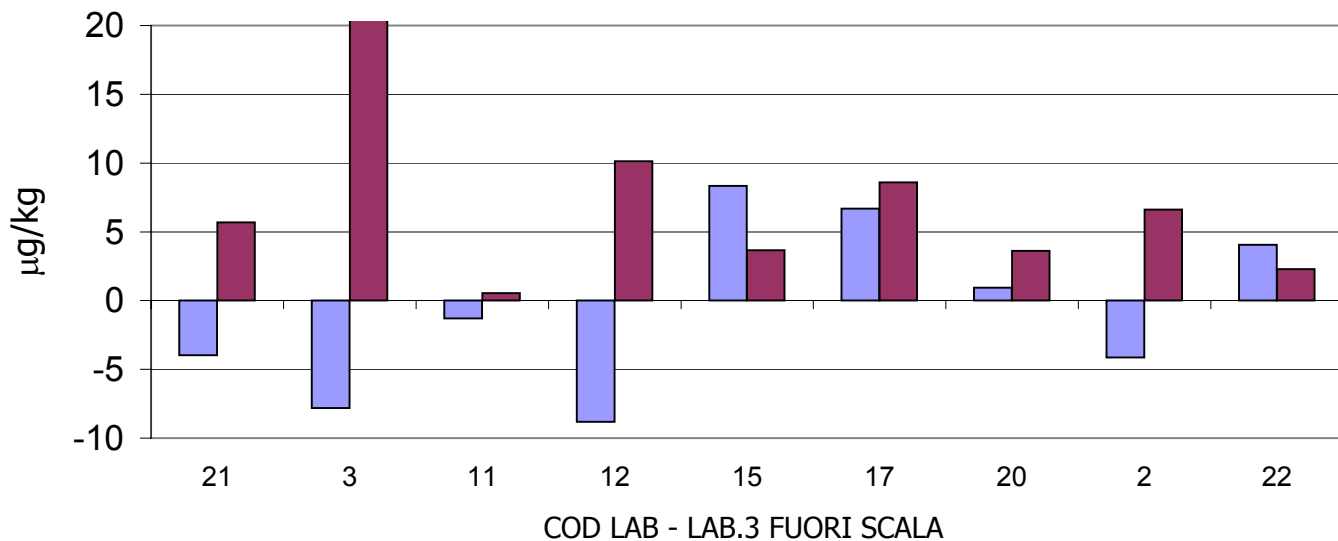
**RING TEST
AFLOATOSSINA B1
SETTEMBRE '13**

ELISA CON VAL ASS HPLC

DISPERSIONE DEI RISULTATI INTORNO AL VALORE ASSEGNATO -
UNITA' DI MISURA $\mu\text{g/kg}$



MEDIA DELLE DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO E SCARTO TIPO DELLE
DIFFERENZE



■ MEDIA ■ SCARTO TIPO