



**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

# MARZO 2014

LOTTO RTB1 250314

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 = 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.

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

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).

UNITA' DI MISURA ng/kg (ppt)

# 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	< 5	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	25,60
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	45,00
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	58,00
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	< 5	15,38	7,230	13,00
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	15,50	21,75	14,600	25,00
3	45,00	45,40	34,40	32,00	29,79	43,40	26,07	28,32	29,97	37,96	32,86	28,13	26,30	34,40	36,74	26,000	43,00
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	55,00

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

2

3

4

LAB	52	53	6	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	17,66	15,98	19,17	17,64	16,50	13,70	15,05	21,68	15,92	25,00	18,36	11,30	27,49	4,23	17,06
3	43,00	42,40	35,60	34,50	26,93	43,35	23,75	29,58	29,97	37,14	33,15	28,14	26,65	30,25	37,04	26,71	44,00	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	33,60	37,15	51,96	31,38	56,00	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	27,06	25,26	22,21	20,63	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

7

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
ZS CAMP 1	0,160	-0,290	0,000	1,273	1,207	1,105	-1,223	-0,693	-0,067	0,067	-0,100	-0,100	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	-0,111	0,000	0,201	0,139	-0,131	-0,794	-0,475	1,141	-0,294	1,878	
ZS CAMP 3	1,507	1,113	0,374	0,206	-0,616	1,560	-1,193	-0,516	-1,641	0,000	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	0,017	2,120	-0,897	0,364	-0,114	1,413	-0,224	-0,385	-0,514	-0,335	-0,037	-0,660	-0,940	-0,469	1,207	-1,040	1,848

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

8

9

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
1	0,36	-0,33	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	-8,76	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	2,41	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	16,99	-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

Marzo 2014

### ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

A.S.S.A.M- Centro Agrochimico Regionale  
AGRIZOOTEC  
ASS. PROVINCIALE ALLEVATORI POTENZA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI CREMA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI ORISTANO  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO  
BIOCHEMICAL SERVICE  
CAMPOVERDE SPA AGRICOLA  
CEFIT SRL  
CENTRO ANALISI E SERVIZI - BARCELLONA  
CONSUL CHMICA - SAN VINCENZO LA COSTA  
EUROQUALITY  
LABORATORIO ANALISI SETTIMELLI  
LABORATORIO STANDARD LATTE  
ODJEL ZA KONTROLI KALITETE STOONE HRANE (CROAZIA)  
STUDIO ASSOCIATO FREGNI E FERRARI  
TECNOCASEARIA

Laboratori partecipanti	18
Sessioni di lavoro per HPLC	13
Sessioni di lavoro per ELISA	11
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	25 marzo
Data indicata per l'invio dei risultati	8 aprile
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	83%
Ultimi risultati ricevuti	9 aprile
Invio delle elaborazioni statistiche	8 maggio
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	44
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
BIOCONTROL SYSTEM	18%
HELICA	9%
R-BIOPHARM	55%
ROMERLABS	9%
TECNA	9%



## INCERTEZZA DI MISURA

aflatossina B1 $\mu\text{g}/\text{kg}$								
Camp.	Val. ass. HPLC	Oss	IC	$\pm U$	Val. ass. ELISA	Oss	IC	$\pm U$
2	<b>10,35</b>	13	1,59	<b>3,19</b>	<b>11,04</b>	11	0,99	<b>1,99</b>
3	<b>19,90</b>	13	1,56	<b>3,12</b>	<b>21,83</b>	10	0,69	<b>1,38</b>
4	<b>34,00</b>	13	2,62	<b>5,24</b>	<b>34,03</b>	11	1,99	<b>3,98</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.

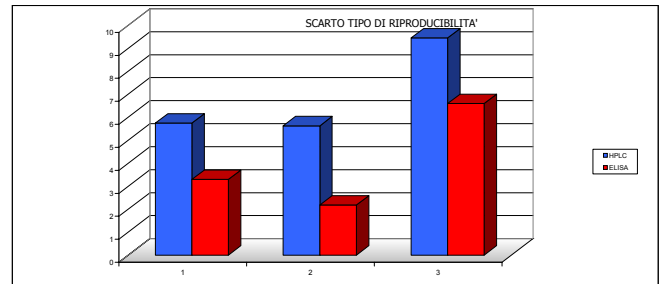
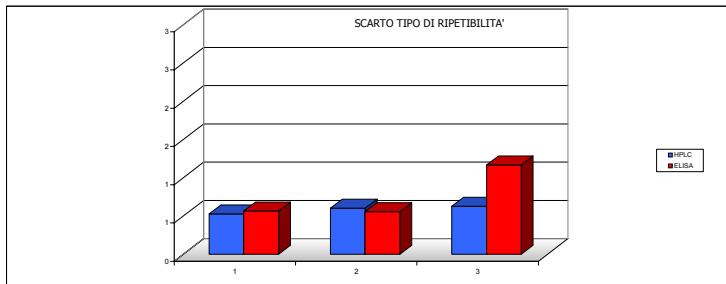
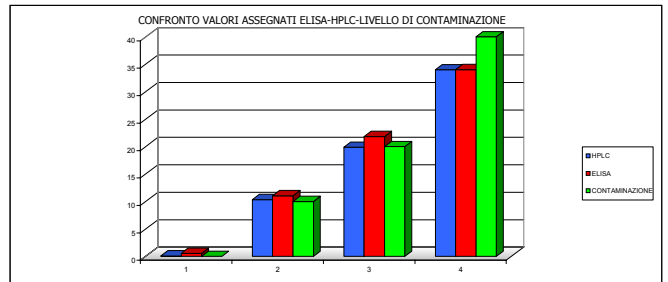
**$\pm U$ :** Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore dell'intervallo di confidenza  $p = 95\%$   $k = 2$ .



RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14

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

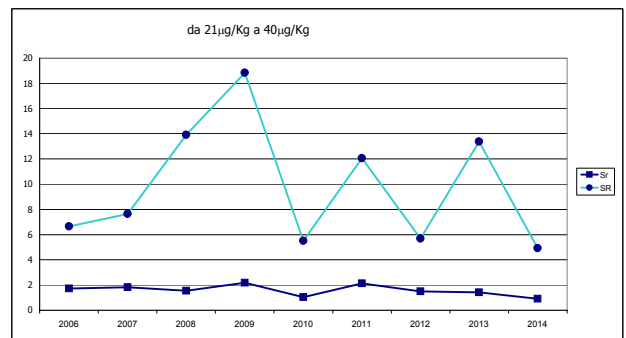
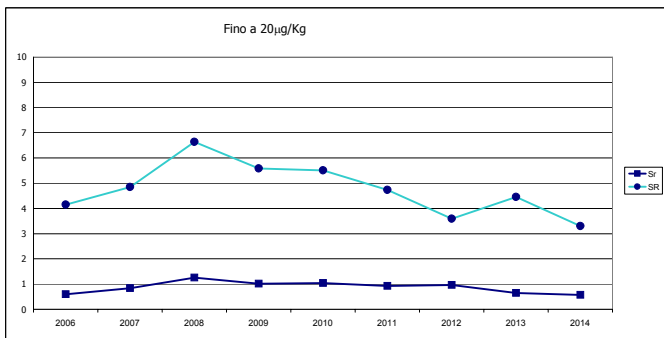
Campione	HPLC			ELISA			LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
	val. ass.	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	val. ass.	S <sub>r</sub>	S <sub>R</sub>	
1	0,09	0,01	1,64	0,56	--	--	--
2	10,35	0,53	5,74	11,04	0,57	3,30	10
3	19,90	0,61	5,63	21,83	0,56	2,18	20
4	34,00	0,63	9,45	34,03	1,17	6,60	40



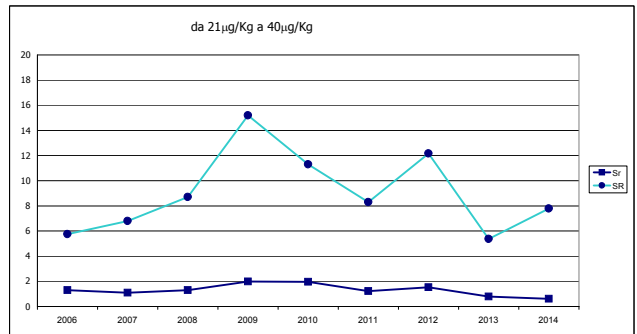
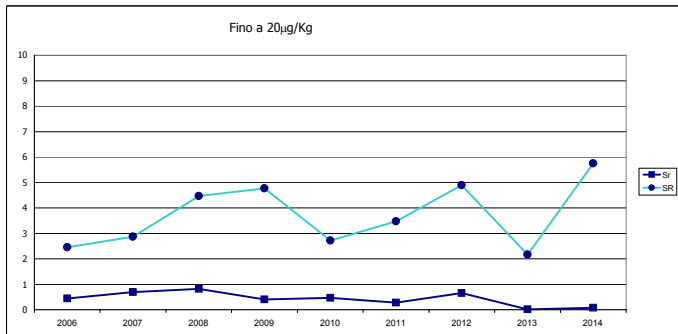
LEGENDA  
r ripetibilità  
R riproducibilità  
S<sub>r</sub> scarto tipo della ripetibilità  
S<sub>R</sub> scarto tipo della riproducibilità

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

#### ELISA



#### HPLC



# ORDINAMENTO DEI LABORATORI

HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	10	0,26	8%
2	5	1,93	15%
3	17	2,42	23%
4	9	3,00	31%
5	6	4,54	38%
6	13	4,90	46%
7	11	5,17	54%
8	3	6,14	62%
9	8	8,48	69%
10	1	8,82	77%
11	20	9,19	85%
12	21	12,82	92%
13	14	13,75	100%

ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	4	0,83	9%
2	15	0,97	18%
3	16	1,31	27%
4	18	3,28	36%
5	5	3,56	45%
6	19	3,80	55%
7	12	4,15	64%
8	20	5,26	73%
9	8	5,84	82%
10	7	6,511	91%
11	22	10,02	100%

HPLC ED ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	15	0,75	4%
2	4	0,81	8%
3	10	1,01	13%
4	16	1,26	17%
5	5	1,39	21%
6	17	2,43	25%
7	9	3,04	29%
8	18	3,08	33%
9	19	3,68	38%
10	6	3,85	42%
11	12	3,91	46%
12	5	3,92	50%
13	11	4,65	54%
14	13	5,14	58%
15	20	5,18	63%
16	8	5,91	67%
17	3	6,31	71%
18	7	6,51	75%
19	1	8,32	79%
20	8	8,67	83%
21	20	9,26	88%
22	22	10,25	92%
23	21	12,55	96%
24	14	13,46	100%

ELISA CONFRONTATO CON VAL. ASS. HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	15	0,90	9%
2	4	1,18	18%
3	16	1,86	27%
4	18	3,42	36%
5	19	4,07	45%
6	12	4,13	55%
7	5	4,26	64%
8	20	4,94	73%
9	8	6,05	82%
10	7	6,41	91%
11	22	10,60	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



RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14

# 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*	6	1,05	0,02	4,63	0,01	1,64	0,78	155,46	155,46	
2	13	12,74	1,50	16,26	0,53	5,74	4,16	45,08	44,88	
3	13	22,50	1,71	15,93	0,61	5,63	2,69	25,01	24,87	
4	13	33,64	1,78	26,74	0,63	9,45	1,87	28,09	28,03	

\* CAMPIONE NEGATIVO

NON CI SONO LABORATORI OUTLIERS

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

HPLC	$S_r$	$S_R$
fino a 20 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	0,54	3,92
da 21 a 40 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	1,38	9,54

### 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	laboratori outliers

Unità di misura: µg/kg

codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21
1	3,87	<0,2	2,22	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,11	0,08	<1	<0,1
2	18,46	7,90	11,85	9,95	9,10	8,97	10,00	14,00	8,72	24,87	9,85	9,00	23,30
3	30,23	16,80	21,85	27,20	15,50	19,43	19,10	26,70	17,06	30,60	19,18	17,40	29,05
4	41,57	24,70	35,64	36,65	21,20	29,55	35,20	38,80	26,06	49,60	30,75	20,40	47,90
1	3,89	<0,2	--	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,09	0,08	<1	<0,1
2	18,40	8,20	11,22	11,13	8,10	8,59	10,70	13,70	8,40	23,42	9,80	9,20	24,50
3	30,48	17,20	23,18	25,98	15,60	19,72	19,90	26,00	17,02	31,42	20,61	17,30	30,50
4	41,44	24,90	35,46	36,24	21,40	29,54	32,80	39,00	27,47	49,91	29,94	19,60	48,80

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21
1	3,88	<0,2	2,22	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,10	0,08	<1	<0,1
2	18,43	8,05	11,54	10,54	8,60	8,78	10,35	13,85	8,56	24,15	9,83	9,10	23,90
3	30,36	17,00	22,52	26,59	15,55	19,58	19,50	26,35	17,04	31,01	19,90	17,35	29,78
4	41,51	24,80	35,55	36,45	21,30	29,55	34,00	38,90	26,77	49,76	30,35	20,00	48,35
m lab	30,10	16,62	23,20	24,53	15,15	19,30	21,28	26,37	17,46	34,97	20,02	15,48	34,01
% recupero	98%	83%	80%	80%	99%	100%	80%	83%	91%	81%	90%	99%	80%

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1,05	0,00	3,88	1,63	0,09	--
12,74	8,05	24,15	5,73	10,35	10
22,50	15,55	31,01	5,61	19,90	20
33,64	20,00	49,76	9,44	34,00	40
22,96	15,15	34,97	7,15	21,28	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21
ZS CAMP 2	1,410	-0,401	0,207	0,033	-0,305	-0,274	0,000	0,611	-0,312	2,407	-0,092	-0,218	2,364
ZS CAMP 3	1,864	-0,516	0,467	1,193	-0,774	-0,057	-0,070	1,150	-0,509	1,981	0,000	-0,454	1,761
ZS CAMP 4	0,795	-0,975	0,164	0,259	-1,346	-0,472	0,000	0,519	-0,767	1,670	-0,387	-1,484	1,521
ZS LAB	1,233	-0,653	0,268	0,453	-0,858	-0,277	0,000	0,711	-0,535	1,914	-0,176	-0,811	1,780

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

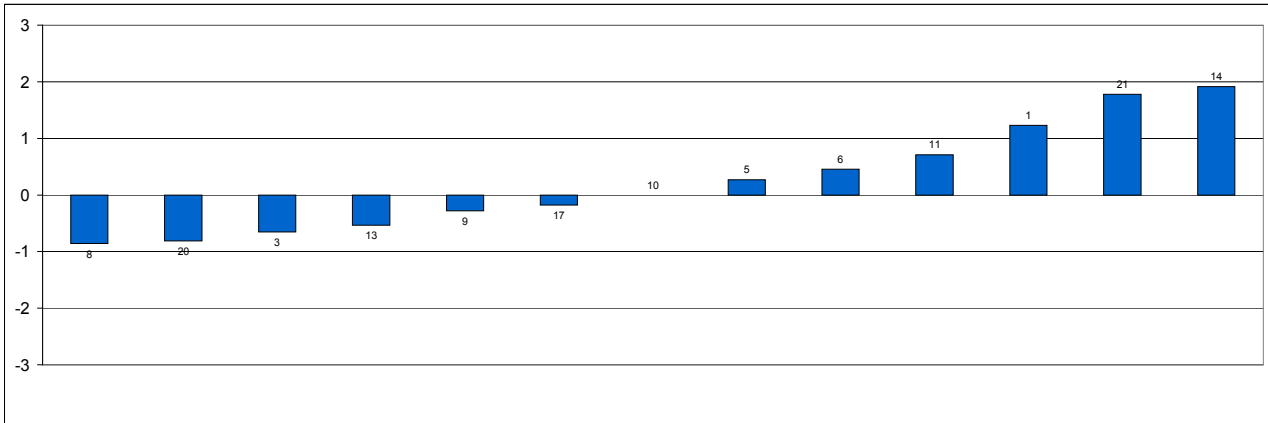
codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21
2	8,08	-2,30	1,19	0,19	-1,75	-1,57	0,00	3,50	-1,79	13,80	-0,53	-1,25	13,55
3	10,46	-2,90	2,62	6,70	-4,35	-0,32	-0,40	6,46	-2,86	11,12	0,00	-2,55	9,88
4	7,51	-9,20	1,55	2,45	-12,70	-4,46	0,00	4,90	-7,24	15,76	-3,66	-14,00	14,35
m diff	8,68	-4,80	1,79	3,11	-6,27	-2,12	-0,13	4,95	-3,96	13,56	-1,39	-5,93	12,59
st diff	1,57	3,82	0,75	3,30	5,72	2,12	0,23	1,48	2,89	2,33	1,98	7,02	2,38
D	8,82	6,14	1,93	4,54	8,48	3,00	0,26	5,17	4,90	13,75	2,42	9,19	12,82
SLOPE	0,96	0,70	1,01	1,07	0,53	0,87	1,00	1,05	0,76	1,10	0,86	0,44	1,06
BIAS	9,50	1,70	1,60	1,71	3,86	0,77	-0,18	3,96	1,10	11,38	1,65	6,06	11,41
CORREL.	0,99	0,99	1,00	0,97	0,99	0,99	1,00	0,99	1,00	0,99	0,99	0,92	0,98

\* CONTAMINAZIONE: LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE

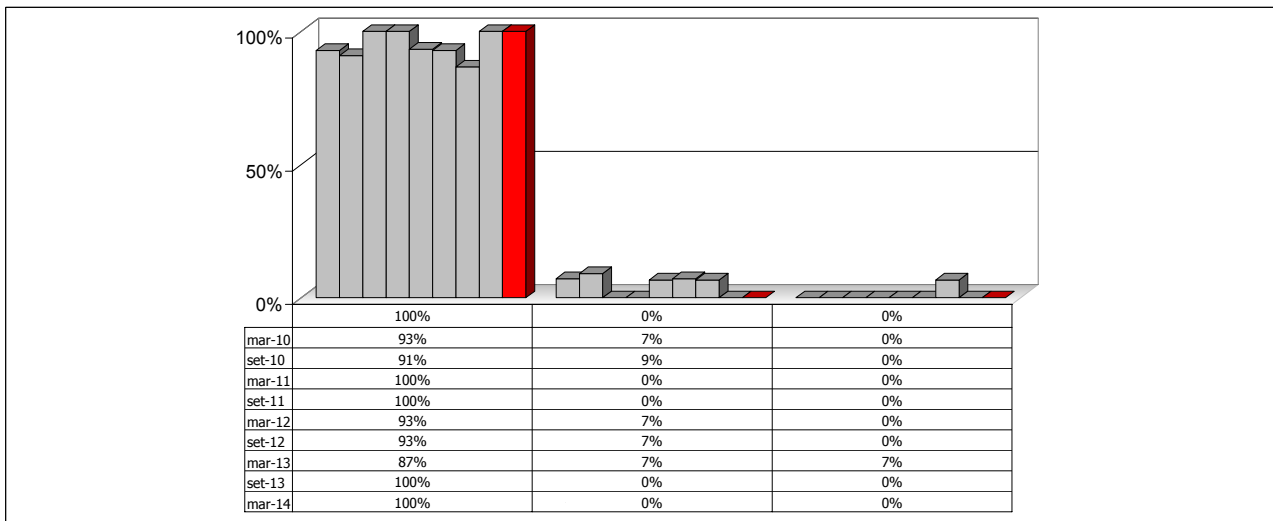


# HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI



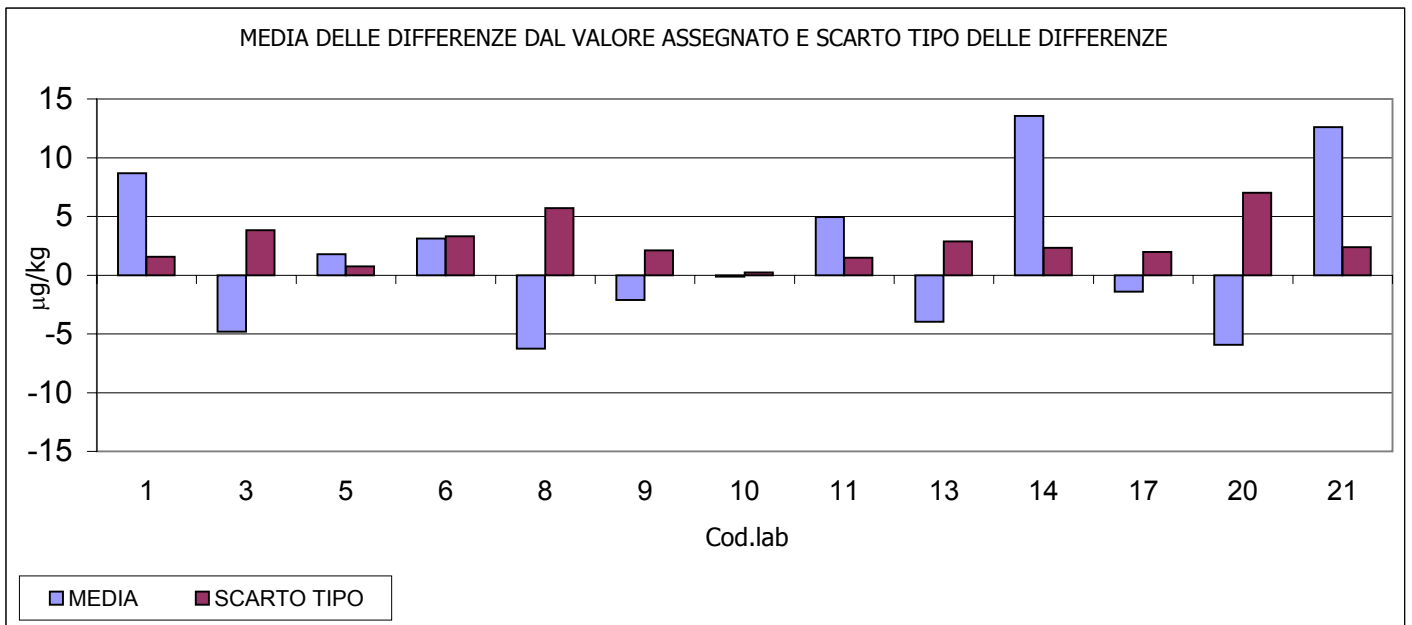
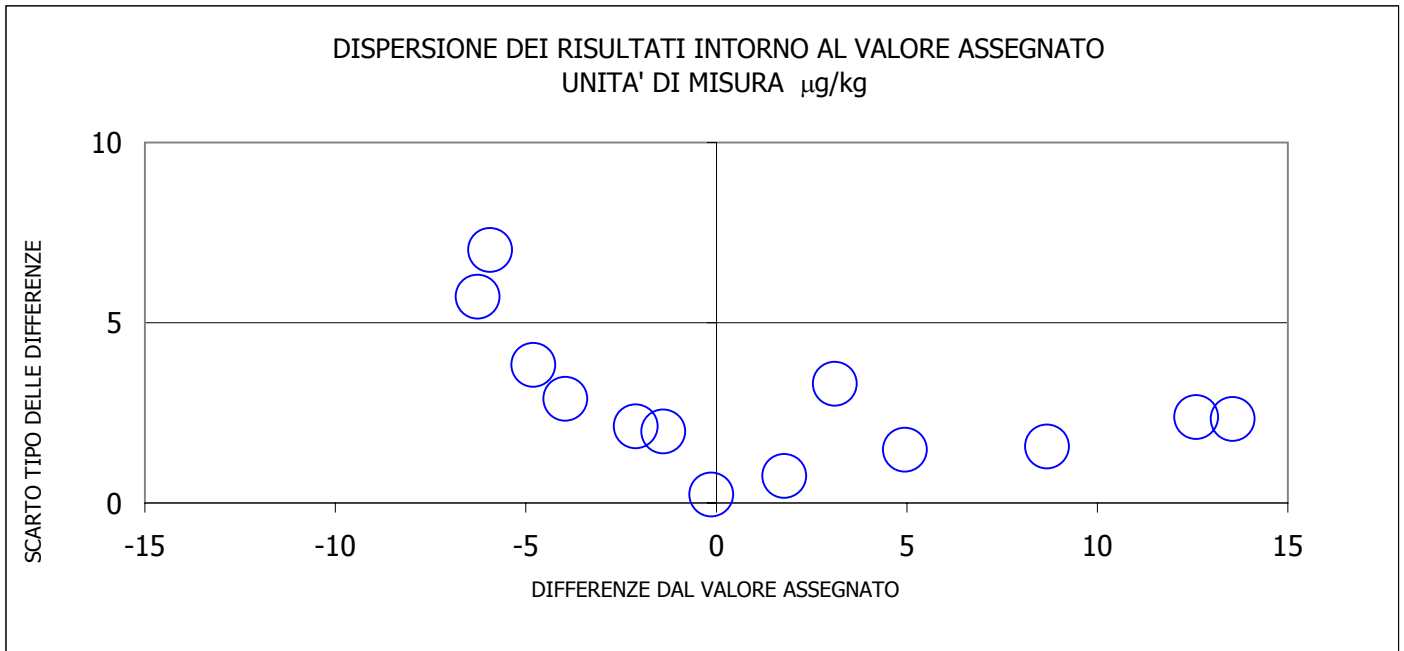
## FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14

# HPLC





RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '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*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
2	11	10,29	1,61	9,33	0,57	3,30	5,53	32,04	31,56	
3	10	21,29	1,58	6,16	0,56	2,18	2,62	10,23	9,89	!
4	11	33,78	3,31	18,67	1,17	6,60	3,46	19,53	19,22	

\* CAMPIONE NEGATIVO

## LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	22	31,77	27,57	Outlier per Test di Cochran

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	4,86
da 21 a 40 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	1,64	10,86

## 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	7	8	12	15	16	18	19	20	22
1	0,51	1,00	<1	<0,5	<1	0,10	<1	<1	<1	<1	<1
2	10,76	14,00	13,16	10,50	5,01	11,50	8,97	6,14	5,70	12,20	14,65
3	21,11	24,00	18,06	20,45	21,82	21,64	22,11	22,34	23,08	16,80	31,77
4	34,25	38,00	26,09	24,75	34,81	35,26	35,09	33,01	31,97	28,00	48,56
1	0,60	1,00	<1	<0,5	<1	0,52	<1	<1	<1	<1	<1
2	11,44	15,00	12,53	9,95	6,14	10,58	9,39	6,28	5,67	13,30	13,46
3	21,65	24,00	18,04	21,60	22,86	20,09	22,45	22,56	23,31	17,75	27,57
4	36,02	39,00	24,01	25,50	37,79	34,74	32,96	34,51	33,91	27,20	47,73

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

### MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	0,56	1,00	<1	<0,5	<1	0,31	<1	<1	<1	<1	<1	0,62	0,31	1,00	0,35	0,56	0
2	11,10	14,50	12,85	10,23	5,58	11,04	9,18	6,21	5,69	12,75	14,06	10,29	5,58	14,50	3,27	11,04	10
3	21,38	24,00	18,05	21,03	22,34	20,87	22,28	22,45	23,20	17,28	<b>29,67</b>	22,05	17,28	29,67	2,14	21,83	20
4	35,14	38,50	25,05	25,13	36,30	35,00	34,03	33,76	32,94	27,60	48,15	33,78	25,05	48,15	6,55	34,03	40
m lab	22,54	25,67	18,65	18,79	21,41	22,30	21,83	20,81	20,61	19,21	30,62	22,04	18,65	30,62	4,40	21,11	-

### Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
ZS CAMP2	0,018	1,058	0,552	-0,249	-1,671	0,000	-0,569	-1,476	-1,637	0,523	0,922
ZS CAMP3	-0,210	1,013	-1,765	-0,376	0,238	-0,451	0,210	0,290	0,637	-2,127	<b>3,661</b>
ZS CAMP4	0,170	0,684	-1,371	-1,360	0,348	0,149	0,000	-0,040	-0,166	-0,982	2,157
ZS LAB	0,325	1,036	-0,558	-0,526	0,068	0,272	0,164	-0,068	-0,113	-0,431	2,162

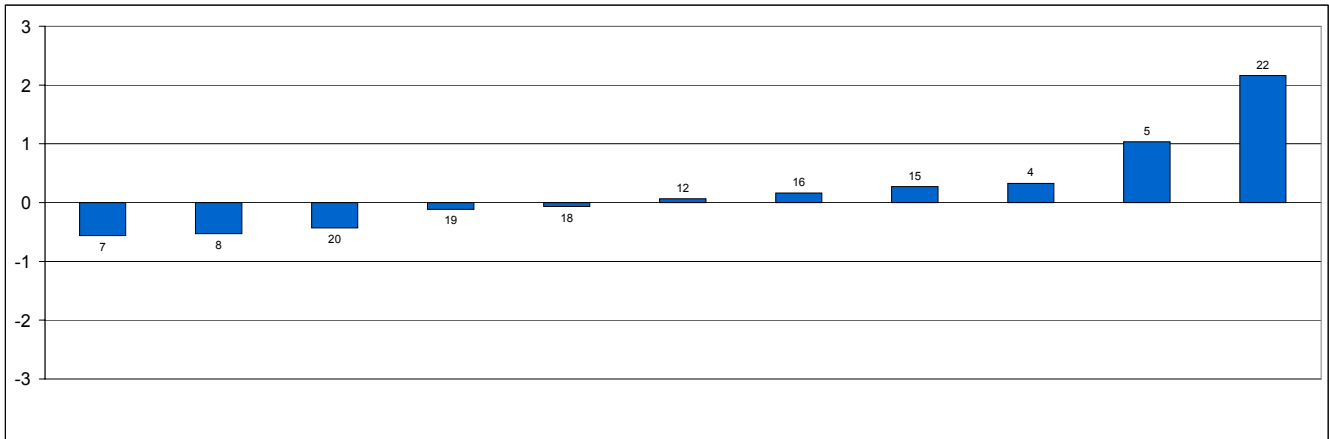
### DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
2	0,06	3,46	1,81	-0,82	-5,47	0,00	-1,86	-4,83	-5,36	1,71	3,02
3	-0,45	2,17	-3,78	-0,81	0,51	-0,96	0,45	0,62	1,37	-4,56	7,84
4	1,11	4,48	-8,98	-8,90	2,28	0,98	0,00	-0,27	-1,09	-6,43	14,12
m diff	0,24	3,37	-3,65	-3,51	-0,89	0,00	-0,47	-1,49	-1,69	-3,09	8,33
st diff	0,80	1,16	5,39	4,67	4,06	0,97	1,22	2,92	3,40	4,26	5,57
D	0,83	3,56	6,51	5,84	4,15	0,97	1,31	3,28	3,80	5,26	10,02
SLOPE	1,047	1,047	0,532	0,642	1,333	1,045	1,078	1,193	1,177	0,650	1,484
BIAS	-0,818	2,314	6,787	4,487	-8,310	-0,999	-2,218	-5,790	-5,648	4,705	-2,463
CORREL.	0,999	0,996	0,999	0,958	0,996	0,998	0,998	0,990	0,980	0,983	1,000

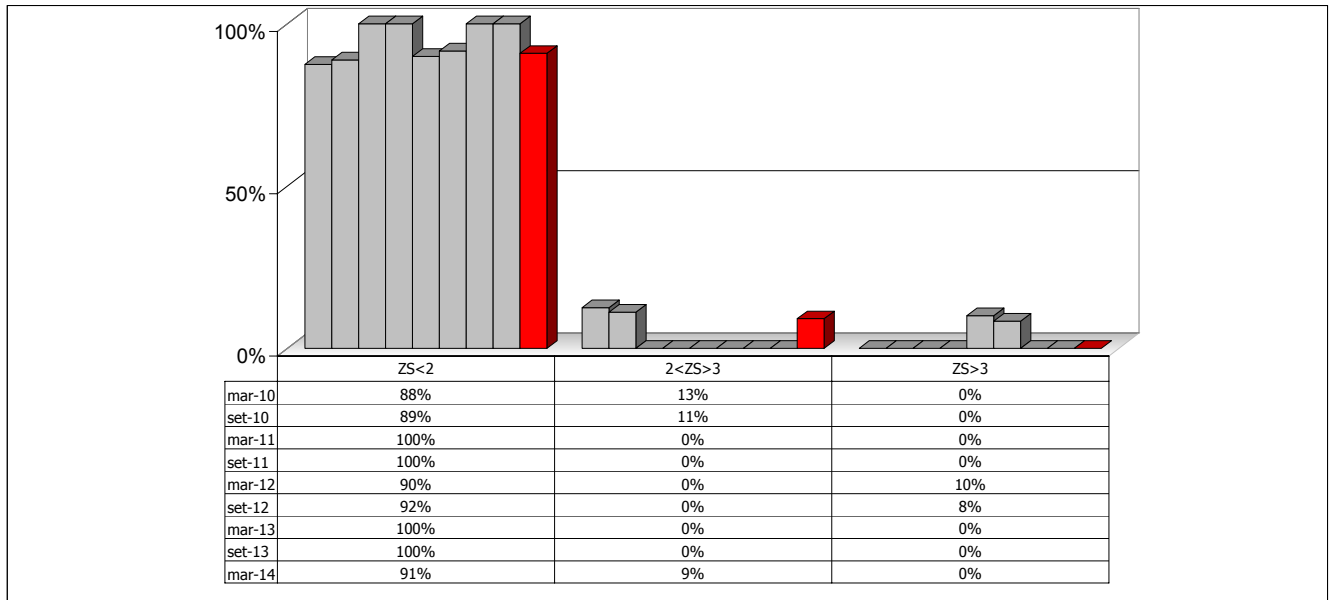
\*CONTAMINAZIONE: LIVELLO IDEALE DI CONTAMINAZIONE

# ELISA - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA

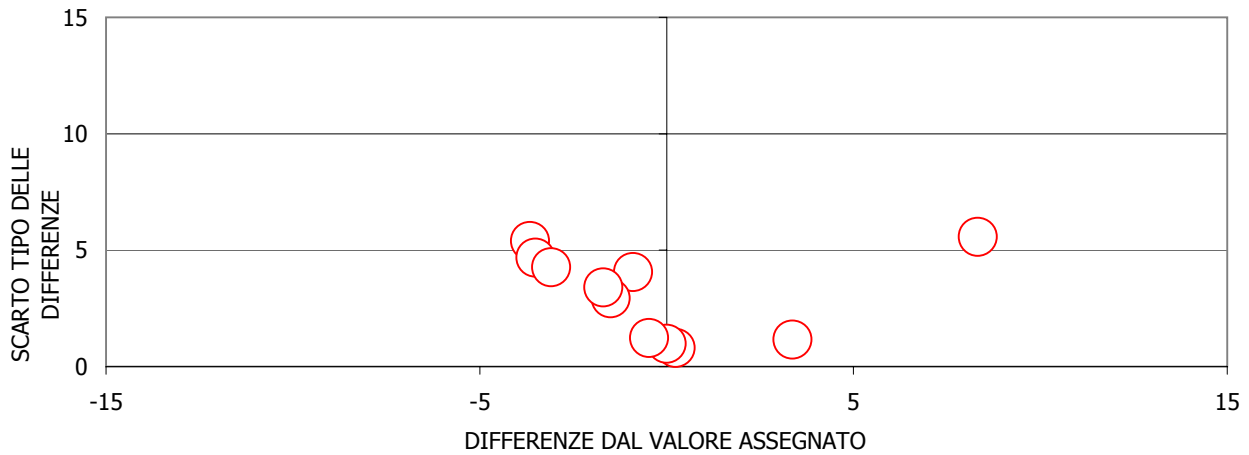




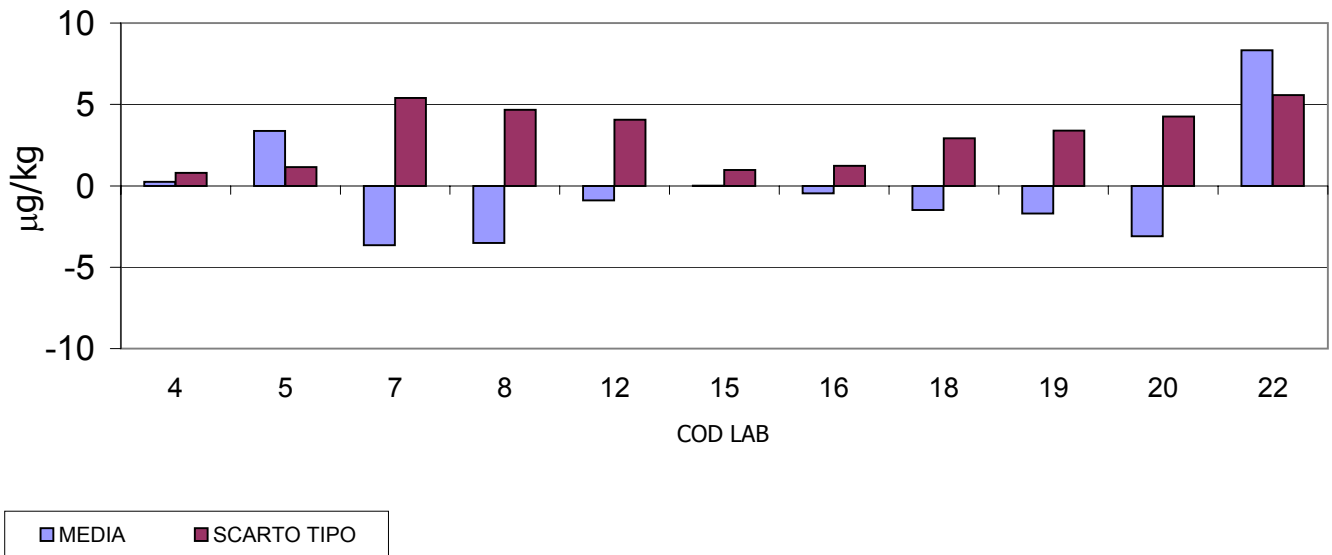
**RING TEST  
AFATOSSINA B1  
MARZO '14**

# ELISA

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



MEDIA DELLE DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO E SCARTO TIPO DELLE DIFFERENZE





**RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14**

# 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
<b>1</b>	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
<b>2</b>	22	10,49	1,41	8,82	0,50	3,12	4,74	29,72	29,34		!
<b>3</b>	23	21,97	1,66	12,53	0,59	4,43	2,66	20,15	19,97		!
<b>4*</b>	24	33,70	2,59	22,91	0,92	8,09	2,72	24,02	23,86		

\* CAMPIONE NEGATIVO

## LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
4	2	14	24,87	23,42	Outlier per Test di Grubbs
5	2	21	23,30	24,50	Outlier per Test di Grubbs
6	3	22	31,77	27,57	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
OUT	laboratori outlier



# ELISA ED HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22	
1	3,87	<0,2	2,22	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,11	0,08	<1	<0,1	0,51	1,00	<1	<0,5	<1	0,10	<1	<1	<1	<1	<1	<1
2	18,46	7,90	11,85	9,95	9,10	8,97	10,00	14,00	8,72	<b>24,87</b>	9,85	9,00	<b>23,30</b>	10,76	14,00	13,16	10,50	5,01	11,50	8,97	6,14	5,70	12,20	14,65	
3	30,23	16,80	21,85	27,20	15,50	19,43	19,10	26,70	17,06	30,60	19,18	17,40	29,05	21,11	24,00	18,06	20,45	21,82	21,64	22,11	22,34	23,08	16,80	31,77	
4	41,57	24,70	35,64	36,65	21,20	29,55	35,20	38,80	26,06	49,60	30,75	20,40	47,90	34,25	38,00	26,09	24,75	34,81	35,26	35,09	33,01	31,97	28,00	48,56	
1	3,89	<0,2	--	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,09	0,08	<1	<0,1	0,60	1,00	<1	<0,5	<1	0,52	<1	<1	<1	<1	<1	
2	18,40	8,20	11,22	11,13	8,10	8,59	10,70	13,70	8,40	<b>23,42</b>	9,80	9,20	<b>24,50</b>	11,44	15,00	12,53	9,95	6,14	10,58	9,39	6,28	5,67	13,30	13,46	
3	30,48	17,20	23,18	25,98	15,60	19,72	19,90	26,00	17,02	31,42	20,61	17,30	30,50	21,65	24,00	18,04	21,60	22,86	20,09	22,45	22,56	23,31	17,75	27,57	
4	41,44	24,90	35,46	36,24	21,40	29,54	32,80	39,00	27,47	49,91	29,94	19,60	48,80	36,02	39,00	24,01	25,50	37,79	34,74	32,96	34,51	33,91	27,20	47,73	

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
1	3,88	<0,2	2,22	<1,5	<1	0,03	<1	0,00	<0,16	0,10	0,08	<1	<0,1	0,56	1,00	<1	<0,5	<1	0,31	<1	<1	<1	<1	<1
2	18,43	8,05	11,54	10,54	8,60	8,78	10,35	13,85	8,56	<b>24,15</b>	9,83	9,10	<b>23,90</b>	11,10	14,50	12,85	10,23	5,58	11,04	9,18	6,21	5,69	12,75	14,06
3	30,36	17,00	22,52	26,59	15,55	19,58	19,50	26,35	17,04	31,01	19,90	17,35	29,78	21,38	24,00	18,05	21,03	22,34	20,87	22,28	22,45	23,20	17,28	<b>29,67</b>
4	41,51	24,80	35,55	36,45	21,30	29,55	34,00	38,90	26,77	49,76	30,35	20,00	48,35	35,14	38,50	25,05	25,13	36,30	35,00	34,03	33,76	32,94	27,60	48,15
m lab	30,10	16,62	23,20	24,53	15,15	19,30	21,28	26,37	17,46	34,97	20,02	15,48	34,01	22,54	25,67	18,65	18,79	21,41	22,30	21,83	20,81	20,61	19,21	30,62

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
0,91	0,00	3,88	1,32	0,31
11,62	5,58	24,15	4,83	10,45
22,29	15,55	31,01	3,68	21,03
33,70	20,00	49,76	8,07	34,01
22,54	15,15	34,97	5,83	20,81

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

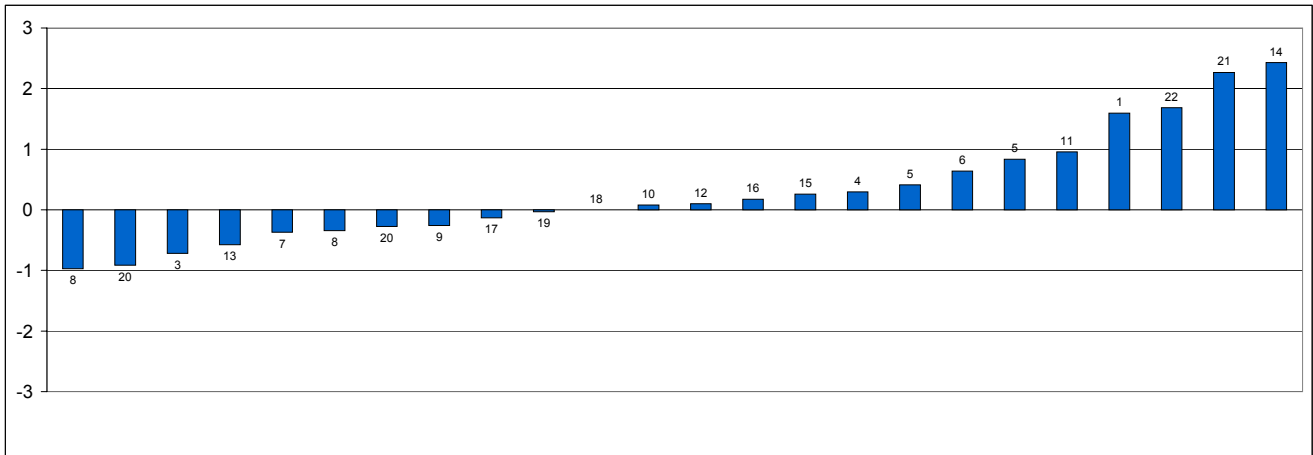
codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
ZS CAMP 2	1,652	-0,496	0,226	0,020	-0,382	-0,345	-0,020	0,705	-0,390	2,835	-0,128	-0,278	2,784	0,136	0,839	0,497	-0,046	-1,008	0,123	-0,262	-0,876	-0,985	0,477	0,747
ZS CAMP 3	2,533	-1,093	0,404	1,511	-1,486	-0,394	-0,414	1,446	-1,082	2,711	-0,307	-0,998	2,375	0,096	0,808	-0,808	0,000	0,357	-0,043	0,341	0,387	0,589	-1,018	2,347
ZS CAMP 4	0,929	-1,142	0,191	0,302	-1,576	-0,554	-0,002	0,606	-0,898	1,951	-0,455	-1,737	1,777	0,139	0,556	-1,111	-1,102	0,284	0,122	0,002	-0,031	-0,133	-0,795	1,752
ZS LAB	1,593	-0,719	0,410	0,638	-0,970	-0,258	0,082	0,953	-0,575	2,429	-0,135	-0,913	2,264	0,297	0,833	-0,370	-0,346	0,103	0,256	0,175	0,000	-0,034	-0,274	1,683

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

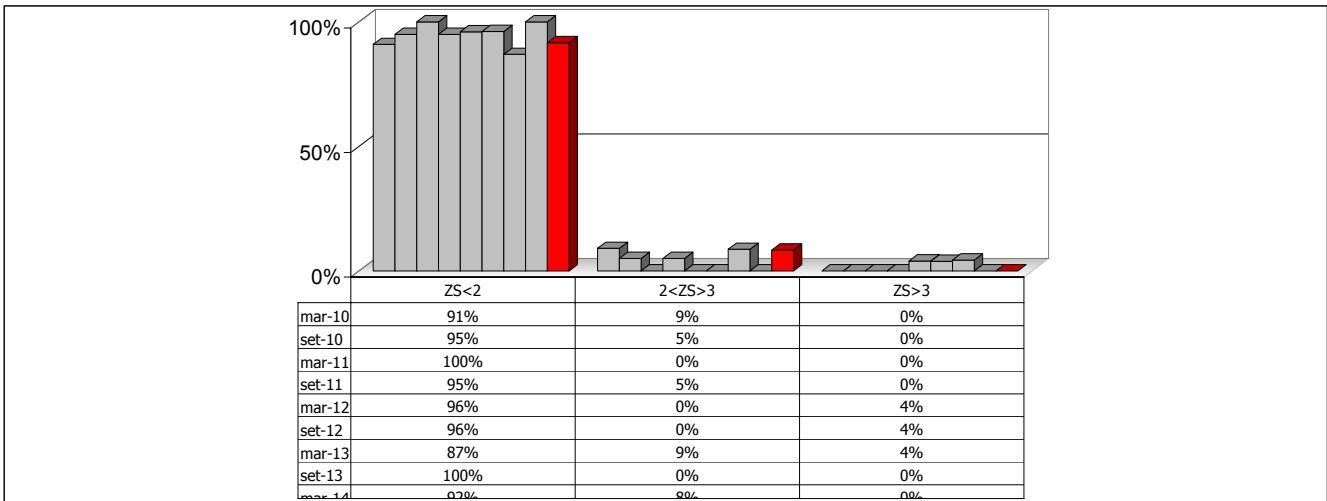
codice	1	3	5	6	8	9	10	11	13	14	17	20	21	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
2	7,99	-2,40	1,09	0,09	-1,85	-1,67	-0,10	3,41	-1,89	13,70	-0,62	-1,35	13,46	0,65	4,06	2,40	-0,22	-4,87	0,59	-1,27	-4,24	-4,76	2,31	3,61
3	9,33	-4,03	1,49	5,57	-5,48	-1,45	-1,53	5,33	-3,99	9,99	-1,13	-3,68	8,75	0,36	2,98	-2,98	0,00	1,32	-0,16	1,26	1,43	2,17	-3,75	8,65
4	7,49	-9,21	1,54	2,43	-12,71	-4,47	-0,01	4,89	-7,25	15,74	-3,67	-14,01	14,34	1,12	4,49	-8,96	-8,89	2,29	0,99	0,01	-0,25	-1,07	-6,41	14,13
m diff	8,27	-5,21	1,37	2,70	-6,68	-2,53	-0,54	4,54	-4,37	13,14	-1,81	-6,34	12,18	0,71	3,84	-3,18	-3,04	-0,42	0,47	0,00	-1,02	-1,22	-2,62	8,80
st diff	0,95	3,56	0,25	2,74	5,53	1,68	0,85	1,01	2,70	2,92	1,63	6,74	3,00	0,39	0,78	5,68	5,07	3,88	0,58	1,26	2,91	3,47	4,47	5,26
D	8,32	6,31	1,39	3,85	8,67	3,04	1,01	4,65	5,14	13,46	2,43	9,26	12,55	0,81	3,92	6,51	5,91	3,91	0,75	1,26	3,08	3,68	5,18	10,25
SLOPE	0,975	0,707	1,018	1,086	0,535	0,877	1,008	1,059	0,772	1,100	0,868	0,453	1,052	1,021	1,022	0,519	0,620	1,295	1,019	1,049	1,158	1,141	0,636	1,446
BIAS	8,824	1,193	0,971	0,810	3,466	0,161	-0,713	3,245	0,613	10,960	1,071	5,599	11,043	0,246	3,359	7,327	5,250	-6,865	0,052	-1,060	-4,466	-4,305	5,320	-0,930
CORREL.	0,997	0,995	1,000	0,981	0,994	0,997	0,997	0,998	1,000	0,980	0,999	0,940	0,973	1,000	0,998	1,000	0,951	0,994	0,999	0,996	0,987	0,975	0,987	1,000

# ELISA ED HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI



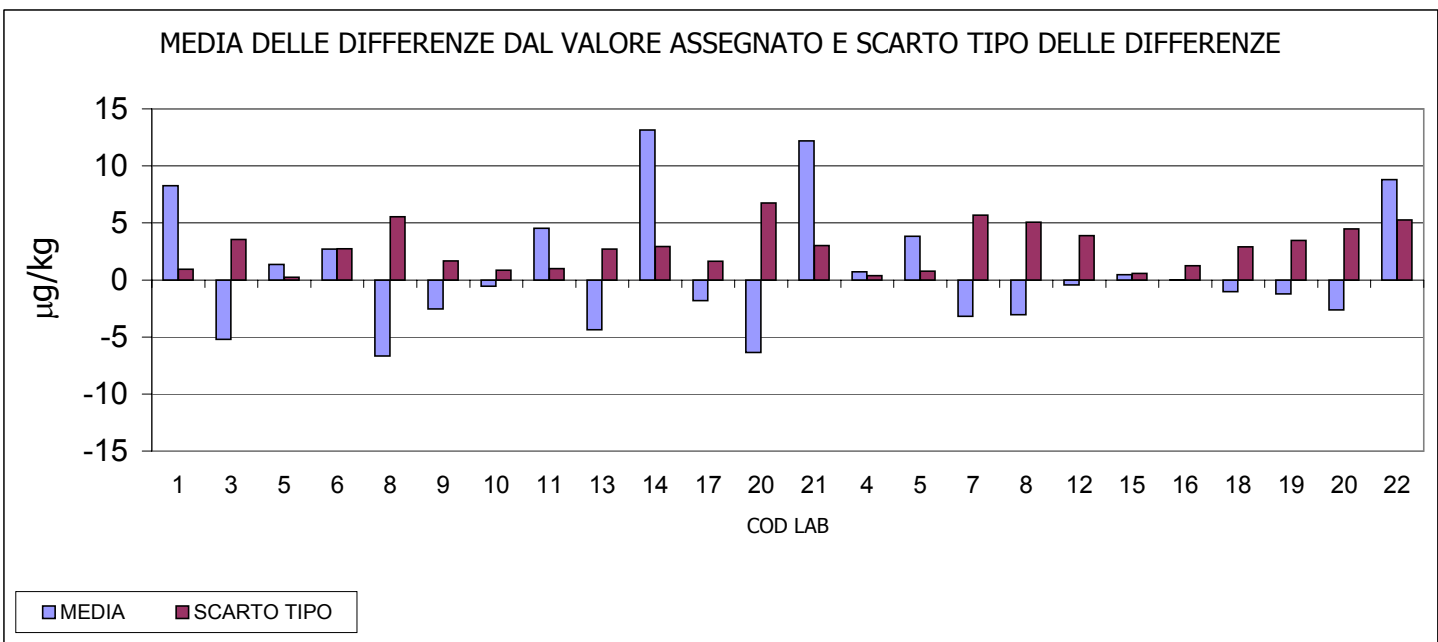
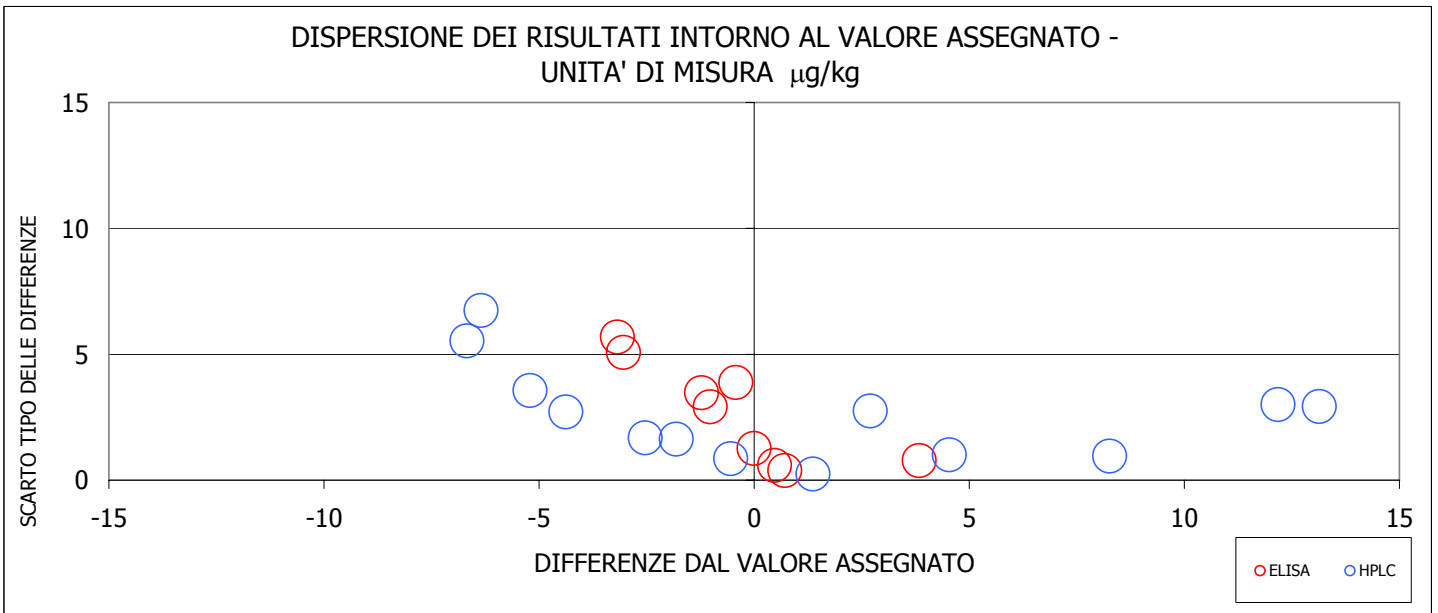
## FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC





**RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14**

# ELISA ED HPLC



## ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
1	0,51	1,00	<1	<0,5	<1	0,10	<1	<1	<1	<1	<1
2	10,76	14,00	13,16	10,50	5,01	11,50	8,97	6,14	5,70	12,20	14,65
3	21,11	24,00	18,06	20,45	21,82	21,64	22,11	22,34	23,08	16,80	31,77
4	34,25	38,00	26,09	24,75	34,81	35,26	35,09	33,01	31,97	28,00	48,56
1	0,60	1,00	<1	<0,5	<1	0,52	<1	<1	<1	<1	<1
2	11,44	15,00	12,53	9,95	6,14	10,58	9,39	6,28	5,67	13,30	13,46
3	21,65	24,00	18,04	21,60	22,86	20,09	22,45	22,56	23,31	17,75	27,57
4	36,02	39,00	24,01	25,50	37,79	34,74	32,96	34,51	33,91	27,20	47,73

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22	MEDIA	MIN	MAX	ST HPLC	VAL. ASS HPLC
1	0,56	1,00	<1	<0,5	<1	0,31	<1	<1	<1	<1	<1	0,62	0,31	1,00	1,63	0,09
2	11,10	14,50	12,85	10,23	5,58	11,04	9,18	6,21	5,69	12,75	14,06	10,29	5,58	14,50	5,73	10,35
3	21,38	24,00	18,05	21,03	22,34	20,87	22,28	22,45	23,20	17,28	29,67	22,05	17,28	29,67	5,61	19,90
4	35,14	38,50	25,05	25,13	36,30	35,00	34,03	33,76	32,94	27,60	48,15	33,78	25,05	48,15	9,44	34,00
m lab	22,54	25,67	18,65	18,79	21,41	22,30	21,83	20,81	20,61	19,21	30,62	22,04	18,65	30,62	7,15	21,28

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
ZS CAMP 2	0,131	0,724	0,435	-0,022	-0,833	0,120	-0,204	-0,722	-0,814	0,419	0,646
ZS CAMP 3	0,265	0,732	-0,329	0,201	0,436	0,173	0,425	0,455	0,588	-0,467	1,742
ZS CAMP 4	0,120	0,477	-0,948	-0,940	0,244	0,106	0,003	-0,025	-0,112	-0,678	1,499
ZS LAB	0,176	0,613	-0,369	-0,348	0,017	0,142	0,076	-0,067	-0,095	-0,290	1,306

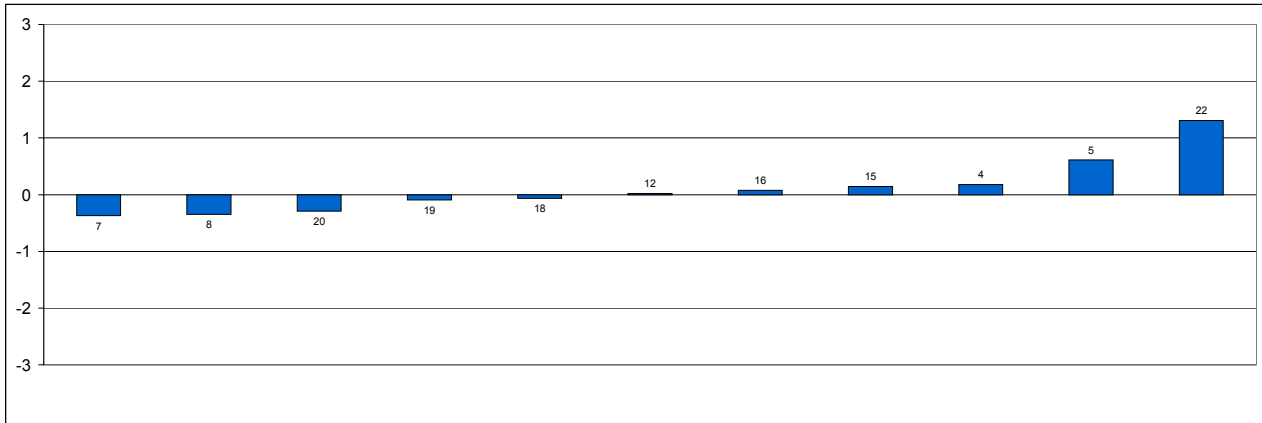
DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	4	5	7	8	12	15	16	18	19	20	22
2	0,75	4,15	2,50	-0,13	-4,78	0,69	-1,17	-4,14	-4,67	2,40	3,71
3	1,49	4,11	-1,85	1,13	2,45	0,97	2,39	2,56	3,30	-2,62	9,78
4	1,14	4,50	-8,95	-8,88	2,30	1,00	0,03	-0,24	-1,06	-6,40	14,15
m diff	1,12	4,25	-2,77	-2,62	-0,01	0,89	0,41	-0,61	-0,81	-2,21	9,21
st diff	0,37	0,22	5,78	5,45	4,13	0,17	1,81	3,36	3,99	4,41	5,24
D	1,18	4,26	6,41	6,05	4,13	0,90	1,86	3,42	4,07	4,94	10,60
SLOPE	1,013	1,016	0,515	0,604	1,276	1,012	1,034	1,137	1,117	0,636	1,431
BIAS	0,841	3,913	7,629	5,850	-5,915	0,624	-0,315	-3,551	-3,324	5,593	-0,031
CORREL.	1,000	1,000	1,000	0,934	0,987	1,000	0,990	0,977	0,963	0,994	0,998

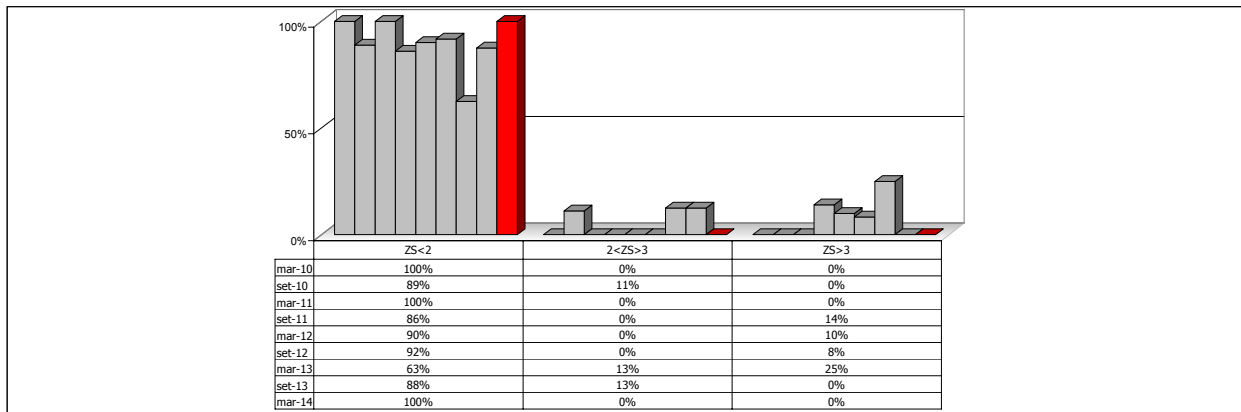


# ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC - Z SCORE

## Z-SCORE LABORATORI



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





**RING TEST  
AFLATOSSINA B1  
MARZO '14**

# ELISA CON VAL ASS HPLC

