



Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte

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

RING TEST DEOSSINIVALENOLO (DON)
NELLA FARINA DI MAIS
MAGGIO 2012

PROGRAMMA D_{ATI}A_{nalisi}M_{etodi}O_{rganizzazione}C_{onfronti}L_{aboratori}E_{sperti}



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI

Laboratorio Standard Latte

RING TEST DEOSSINIVALENOLO (DON) – MAGGIO 2012

INDICE

Elenco laboratori	pag. 3
Valutazione Ring Test	pag. 4
ELISA ed HPLC	pag. 8

RING TEST DON

Maggio 2012

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

AGENZIA DELLE DOGANE PALERMO
AGRICOLA TRE VALLI
ASS.PROV. ALLEVATORI POTENZA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA
BIOCHEMICAL SERVICE
EUROQUALITY
LAB.ANALISI DOTT. SETTIMELLI
LABORATORIO ANALISI ZOOTECHNICHE DR. MANCINELLI
LABORATORIO STANDARD LATTE
SEDAMYL SpA
STUDIO ASSOCIATO FREGNI E FERRARI

Laboratori partecipanti	11
Sessioni di lavoro per HPLC	6
Sessioni di lavoro per ELISA	6
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	15 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	29 maggio
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	58%
Ultimi risultati ricevuti	06 giugno
Invio delle elaborazioni statistiche	13 giugno
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	29
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

VALUTAZIONE DEL RING TEST

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

➤ **Elaborazioni**

E' stata eseguita le seguente elaborazione: METODI ELISA E HPLC

➤ **Ordinamento laboratori**

Dato il numero esiguo dei laboratori non è stato possibile eseguire l'ordinamento dei laboratori:

➤ **Tabelle riportanti i risultati**

Vengono riportati i valori di ZS per singolo campione. Lo Z Score è calcolato mediante la seguente formula:

$$ZS = \frac{m - VAL_{ASS}}{st}$$

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

VAL ASS = valore assegnato (mediana)

st = scarto tipo

Come riportato nella pubblicazione "Pure Appl. Chem. Vol. 78, n°1 pp.145-196, 2006 (The International harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories) è possibile la seguente classificazione:

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

In altri termini, i laboratori per i quali lo ZS di entrambi i campioni risulta compreso tra 0 e 1 sono nella situazione auspicabile. Quelli che hanno ZS dei campioni nella fascia tra 1 e 2 hanno una posizione soddisfacente. I laboratori con ZS compresi tra 2 e 3 sono nella fascia di allarme e quelli posti oltre il 3 sono "fuori controllo".

Non sono stati eseguiti i test di Cochran e Grubbs per la determinazione dei laboratori outliers, ed il calcolo per la determinazione dei valori precisione (ripetibilità e riproducibilità) a causa dell'esiguo numero di laboratori che non permette un'elaborazione statistica significativa (ISO 5725:1994 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results)



Associazione Italiana Allevatori

Laboratorio Standard Latte

LEGENDA

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

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

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.
4. Nel riquadro sono riportate: la media aritmetica, il valore minimo, il valore massimo, lo scarto tipo ed il valore assegnato. Quest'ultimo è rappresentato dalla mediana ed è considerato il valore "**vero**" a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti.
5. I valori dei campioni outlier al test di Cochran e di Grubbs (vedi tabella Ripetibilità – Riproducibilità – Outlier specifica per ogni analita) 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. Per memoria si ricorda la formula dello ZS: *risultato lab – valore assegnato / scarto tipo dei risultati considerati*. In questa parte della tabella sono riportati i risultati del calcolo dello Z Score:
 - calcolato per singolo campione (ZS CAMP);

Il punto 5, 8 e 9 dell'esempio, non sono riportati in questa elaborazione statistica.



UNITA' DI MISURA ng/kg (ppt)

HPLC

		52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68
2	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	25,80
	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	31,60	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	10,39	10,06	9,71	N.Q. < 10	< 6	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	14,680	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	29,13	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	39,05	37,96	41,65	39,16	33,88	33,70	41,20	52,08	30,450	55,00
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	10,14	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	44,35	23,75	29,58	28,97	37,14	33,15	28,64	26,85	30,25	37,04	26,71	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	56,30
	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
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	-1,023	-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	0,301	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	-0,090	-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	-0,56	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
	m diff	-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
	st 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
	D	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
		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																		
9	BIAS	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
	CORREL.	4,098	4,452	4,673	-0,328	-14,527	1,422	3,902	1,361	-1,402	0,247	0,423	-1,309	-1,439	0,229	-0,127	-0,513	1,166
		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

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 Guide 43-1 del 1997 (Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of Proficiency testing schemes).

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

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)

ELISA ED HPLC

Unità di misura: $\mu\text{g/kg}$

	ELISA	ELISA	ELISA	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	ELISA	HPLC	HPLC	ELISA	ELISA
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
CAMP.1	1340	1520	1200	1199	420	798	811	1274	1156	750	1482	1447
CAMP.2	717	760	700	649	240	516	1146	710	634	440	753	694
CAMP.1	1440	1660	900	1174	470	762	802	1224	1294	950	1453	1334
CAMP.2	815	650	650	633	220	557	1134	710	724	500	837	892

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	1390	1590	1050	1187	445	780	807	1249	1225	850	1468	1391
2	766	705	675	641	230	537	1140	710	679	470	795	793

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	*CONTAMINAZIONE
1119	445	1590	339,40	1206	1500
678	230	1140	216,42	692	800

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
CAMP.1	100	140	300	25	50	36	9	50	138	200	29	113
CAMP.2	98	110	50	16	20	41	12	0	90	60	84	198

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
ZS CAMP 1	0,543	1,132	-0,459	-0,057	-2,241	-1,254	-1,176	0,127	0,057	-1,048	0,771	0,544
ZS CAMP 2	0,342	0,060	-0,079	-0,236	-2,135	-0,719	2,070	0,083	-0,060	-1,026	0,476	0,467

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	184	384	-156	-19	-761	-426	-399	43	19	-356	262	185
2	74	13	-17	-51	-462	-156	448	18	-13	-222	103	101

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

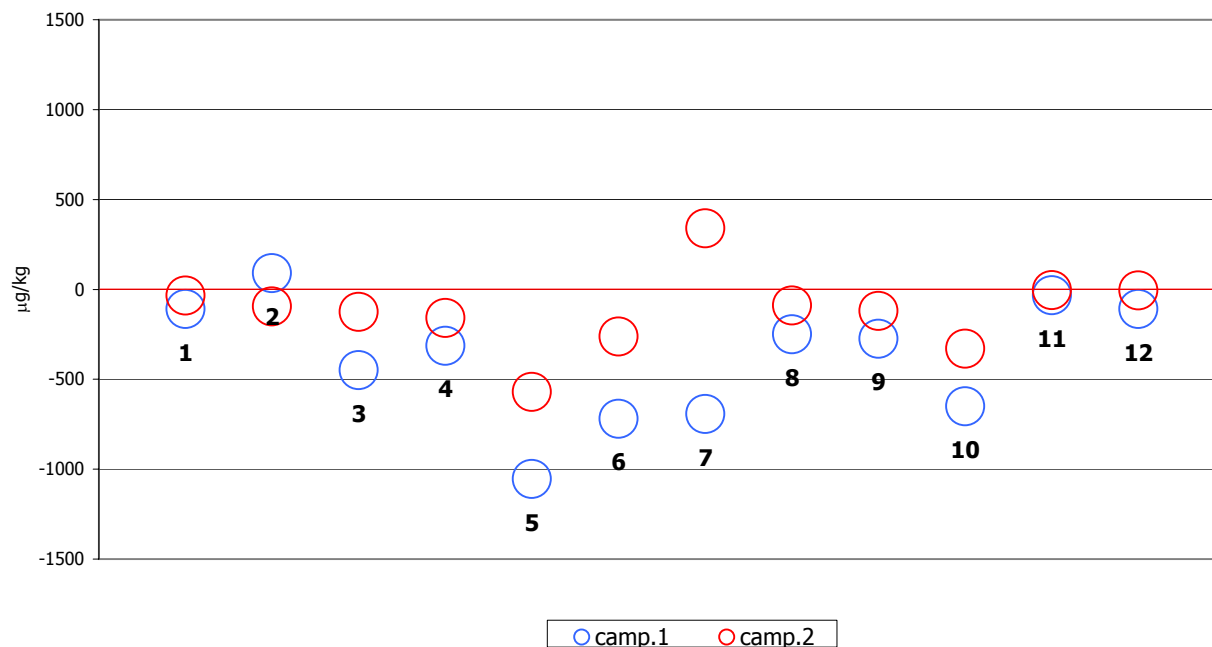
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
CAMP.1	-110	90	-450	-314	-1055	-720	-694	-251	-275	-650	-33	-110
CAMP.2	-34	-95	-125	-159	-570	-264	340	-90	-121	-330	-5	-7

*CONTAMINAZIONE: LIVELLO DI CONCENTRAZIONE ATTESO



RING TEST DON
MAG '12

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE



Z-SCORE CAMPIONI

