



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
Laboratorio Standard Latte

RING TEST AFLATOSSINA M1 NEL FORMAGGIO OTTOBRE 2016

(LOTTO RTF M1 251016)

VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA
Tel. +39 06 6678830 Fax. +39 06 6678811 email isl@aia.it



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
Laboratorio Standard Latte

Indice	pag. 2
Norme e documenti di riferimento	pag. 3
Guida all'interpretazione del ring test	pag. 4
Valutazione del ring test	pag. 6
Elenco laboratori	pag. 7
Omogeneità	pag. 8
Elaborazione statistica	pag. 9
Ripetibilità e riproducibilità	pag. 10
Grafici Z score	pag. 11



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
Laboratorio Standard Latte

NORME E DOCUMENTI DI RIFERIMENTO

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

1. Elaborazione statistica considerata: GENERALE (comprendente tutti i risultati ottenuti con tutti i metodi di prova con i quali i laboratori hanno partecipato), ELISA – **E** (comprendente i risultati ottenuti secondo il metodo ELISA), HPLC - **H** (comprendente i risultati ottenuti con HPLC).
2. 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.
3. Numero identificativo dei campioni. In sequenza sono riportate la prima e la seconda ripetizione dell'analisi.
4. Media delle due ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi (media LAB).
5. Nel riquadro, posto in fondo alla pagina, sono riportate: la media aritmetica (Media), il valore minimo (Min), quello massimo (Max), lo scarto tipo (ST) e il valore assegnato (Val. ASS.). Il valore assegnato è la mediana ed è considerato il valore a cui far riferimento per le tutte le elaborazioni e confronti. Nei calcoli eseguiti non sono considerati i campioni outlier.
6. 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.
7. Il valore evidenziato in un riquadro è un risultato mancante che è stato sostituito con il corrispondente valore assegnato, al fine di poter calcolare lo Z Score della media dei risultati.
8. 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.
9. In questa parte dell'elaborato si riportano:
 - ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato;
 - ✓ la differenza delle medie dei laboratori dal relativo valore assegnato (m diff);
 - ✓ la differenza, in valore assoluto, tra le due ripetizioni

RING TEST AFLATOSSINA M1 NEL FORMAGGIO

metodo	COD Lab	FORMAGGIO 1		FORMAGGIO 2		% recupero (HPLC)	MEDIA RIP.		MEDIA LAB
		I rip	II rip	I rip	II rip		FMG 1	FMG 2	
H	1	58	53	18	17	76%	55,50	17,50	36,50
E	2	51,0	51,0	< 50	< 50		51,00	--	n.a.
E	3	67,6	63,0	< 50	< 50		65,30	--	n.a.
E	4	64,9	54,4	< 50	< 50		59,65	--	n.a.
H	5	56,06	54,55	12,7	11,85	70%	55,31	12,28	33,79
E	6	86,0	67,1	43,2	43,8		66,55	43,50	55,03
H	7	38,42	41,22	13,1	12,03	83%	39,82	12,57	26,19
E	8	< 37,5	< 37,5	< 37,5	< 37,5		--	--	n.a.
E	9	167,0	154,0	< 50	< 50		160,50	--	n.a.
H	10	53,35	57,85	< 50	< 50	57%	55,60	--	n.a.
H	11	32,1	51,6	23,1	30,7	99%	41,85	26,90	34,38
E	12	37,5	54,0	26,3	33,8		45,75	30,05	37,90
E	13	67,3	67,3	< 50	< 50		67,30	--	n.a.
E	14	87,4	90,4	< 50	< 50		88,91	--	n.a.
H	15	45	47	10	8	94%	45,00	9,00	27,50
H	16	55,24	54,4	16,43	18,06	n.a.	54,82	17,25	36,03
E	17	65,3	69,0	19,4	--		67,13	19,35	43,24

Z-SCORE CALCOLATO DAL VAL ASS.		
ZS Fmg 1	ZS Fmg 2	ZS LAB
0,00	0,00	0,04
-0,36	CONFORME	N.A.
0,78	CONFORME	N.A.
0,33	CONFORME	N.A.
-0,02	-0,48	-0,19
0,88	2,39	1,62
-1,25	-0,45	-0,84
NON CONFORME	CONFORME	N.A.
8,35	CONFORME	N.A.
0,01	CONFORME	N.A.
-1,09	0,87	-0,14
-0,78	1,16	0,16
0,94	CONFORME	N.A.
2,66	CONFORME	N.A.
-0,76	-0,78	-0,73
-0,05	-0,02	0,00
0,92	0,17	0,61

DIFF TRA LE RIP.		DIFFERENZA DAL VALORE ASS.		
FMG 1	FMG 2	FMG 1	FMG 2	media lab
5,00	1,00	0,00	0,00	n.a.
0,00	n.a.	-4,50	n.a.	n.a.
4,60	n.a.	9,80	n.a.	n.a.
10,50	n.a.	4,15	n.a.	n.a.
1,51	0,85	-0,20	-5,23	-2,24
1,10	0,60	11,05	26,00	18,99
2,80	1,07	-15,68	-4,94	-9,84
n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
13,00	n.a.	105,00	n.a.	n.a.
4,50	n.a.	0,10	n.a.	n.a.
19,50	7,60	-13,65	9,40	-1,66
16,50	7,50	-9,75	12,55	1,87
0,00	n.a.	11,80	n.a.	n.a.
3,01	n.a.	33,41	n.a.	n.a.
2,00	2,00	-9,50	-8,50	-8,53
0,84	1,63	-0,68	-0,26	0,00
3,75	n.a.	11,63	1,85	7,21

GENERALE			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	63,81	20,93	36,73
MIN	39,82	9,00	26,19
MAX	160,50	43,50	55,03
ST	12,57	10,86	11,74
VAL.ASS.	55,50	17,50	36,03

ELISA			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	74,68	30,97	45,39
MIN	45,75	19,35	37,90
MAX	160,50	43,50	55,03
ST	12,93	12,10	8,76
VAL.ASS.	65,93	30,05	43,24

HPLC			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	49,84	15,91	32,40
MIN	39,82	9,00	26,19
MAX	55,60	26,90	36,50
ST	7,06	6,28	4,44
VAL.ASS.	54,82	14,91	34,08

E: Metodica ELISA
H: metodica HPLC
n.a.: non applicabile



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

ZS FISSO: da riportare su una carta di controllo per poter confrontarsi nel tempo con i successivi ring test.



RING TEST AFLATOSSINA M1 NEL FORMAGGIO

OTTOBRE 2016

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ARAL CREMA
BIOSCAA
BIRAGHI
CASTALAB
CHELAB
CHEMICAL CONTROL
CONSAL
EPTANORD
EUROFINS PIVETTI
IST.ZOOPROFILATTICO TORINO
ISTITUTO ZOOPROFILATTICO BRESCIA
LABORATORI GAMMA
LABORATORIO STANDARD LATTE
LABORATORIO VAILATI
METRALAB
NICAL
NUTRISERVICE
PROGNOSIS BIOTECH Ltd
R-BIOPHARM DARMSTADT
R-BIOPHARM GLASGOW
STUDIO F2
TECNOCASEARIA

Laboratori partecipanti	23
Sessioni di lavoro per HPLC	12
Sessioni di lavoro per ELISA	18
Unità di misura	ng/kg
Invio dei campioni	25 ottobre
Data indicata per l'invio dei risultati	11 novembre
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	70%
Ultimi risultati ricevuti	14 novembre
Invio delle elaborazioni statistiche	18 novembre
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	25
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
BIOO MAX SIGNAL	6%
NEOGEN	17%
PROGNOSIS BIOTECH	11%
R- BIOPHARM	22%
TECNA	39%
NON DISPONIBILE	6%



RT F M1
OTTOBRE '16

OMOGENEITA' ED INCERTEZZA DI MISURA

aflatossina M1 ng/kg					
Camp.	Val. ass.	Oss	IC	Omog	±U
1	331	28	2,48	0,00	5
2	36	10	3,48	0,01	7

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.

Omog: Omogeneità del lotto è stata verificata, in conformità alla norma ISO 13528 - Stastical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, attraverso la determinazione dell' aflatossina M1 con metodica ELISA sul 10 % dei campioni

± U: Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore maggiore tra l'intervallo di confidenza e l'omogeneità del lotto $p = 95\% k = 2$.



RT F M1
OTTOBRE '16

RING TEST AFLATOSSINA M1 NEL FORMAGGIO

Espressione dei risultati: ng/kg

metodo e %recuperi	COD Lab	FORMAGGIO 1		FORMAGGIO 2	
		I rip	II rip	I rip	II rip
E	1	406,00	403,00	<50	<50
E	2	395,00	391,00	<50	<50
E	3	629,34	605,13	49,04	47,80
E	4	258,90	263,50	86,80	83,50
E	5	212,00	218,00	57,00	53,00
E	6	404,00	402,00	46,00	45,00
E	7	272,00	237,00	32,00	33,00
E	8	349,10	330,30	<21,5	<21,5
E	9	338,30	319,20	<21,5	<21,5
E	10	330,80	347,60	<21,5	<21,5
E	11	370,00	392,00	<75	<75
E	12	377,00	265,00	<50	<50
E	13	332,66	320,78	<37,5	<37,5
E	14	327,75	316,04	41,14	38,90
E	15	346,80	299,10	<50	<50
E	16	341,50	319,10	<25	<25
E	17	366,03	357,28	<37,5	<37,5
E	18	336,08	327,84	<120	<120
H 95%	19	346,00	343,00	<50	<50
H 95%	20	322,00	356,00	<50	<50
H 85%	21	264,92	256,06	11,98	10,90
H 88%	22	344,00	346,00	13,00	14,00
H	23	340,00	300,00	<50	<50
H 102%	24	384,00	407,00	<50	<50
H 86%	25	248,00	261,00	<40	<40
H 72%	26	418,00	401,00	<25	<25
H	27	154,79	156,56	<50	<50
H 98%	28	250,00	218,00	non rilevato	non rilevato
H 93%	29	365,05	310,75	0,00	0,00
H 80%	30	309,10	329,13	<10	10,22

MEDIA RIP.		MEDIA LAB
FMG 1	FMG 2	
404,50	<50	404,50
393,00	<50	393,00
617,24	48,42	332,83
261,20	85,15	173,18
215,00	55,00	135,00
403,00	45,50	224,25
254,50	32,50	143,50
339,70	<21,5	339,70
328,75	<21,5	328,75
339,20	<21,5	339,20
381,00	<75	381,00
321,00	<50	321,00
326,72	<37,5	326,72
321,90	40,02	180,96
322,95	<50	322,95
330,30	<25	330,30
361,66	<37,5	361,66
331,96	<120	331,96
344,50	<50	344,50
339,00	<50	339,00
260,49	11,44	135,97
345,00	13,50	179,25
320,00	<50	320,00
395,50	<50	395,50
254,50	<40	254,50
409,50	<25	409,50
155,68	<50	155,68
234,00	non rilevato	234,00
337,90	0,00	168,95
319,12	10,22	164,67

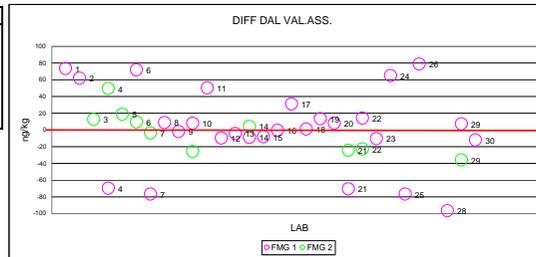
Z-SCORE CALCOLATO DAL VAL. ASS.		
ZS Fmg 1	ZS Fmg 2	ZS LAB
1,19	CONFORME	1,69
1,00	CONFORME	1,44
4,65	0,47	0,17
-1,14	1,88	-3,21
-1,89	0,72	-4,02
1,17	0,36	-2,13
-1,24	-0,14	-3,84
0,14	NON CONFORME	0,31
-0,04	NON CONFORME	0,08
0,13	NON CONFORME	0,30
0,81	CONFORME	1,19
-0,16	CONFORME	-0,08
-0,07	CONFORME	0,04
-0,15	0,14	-3,04
-0,13	CONFORME	-0,04
-0,01	NON CONFORME	0,12
0,50	CONFORME	0,78
0,01	CONFORME	0,15
0,22	CONFORME	0,42
0,13	CONFORME	0,30
-1,15	-0,95	-4,00
0,23	-0,88	-3,08
-0,18	CONFORME	-0,10
1,05	CONFORME	1,49
-1,24	NON CONFORME	-1,49
1,27	NON CONFORME	1,79
-2,85	CONFORME	-3,58
-1,58	n.a.	-1,92
0,11	-1,39	-3,30
-0,20	-1,00	-3,39

DIFF TRA LE RIP.		DIFFERENZA DAL VALORE ASS.		
FMG 1	FMG 2	FMG 1	FMG 2	media lab
3,00	n.a.	73,37	n.a.	79,67
4,00	n.a.	61,87	n.a.	68,17
24,21	1,24	286,11	12,16	7,99
4,60	3,30	-69,93	48,89	-151,66
6,00	4,00	-116,13	18,74	-189,84
2,00	1,00	71,87	9,24	-100,59
35,00	1,00	-76,63	-3,76	-181,34
18,80	n.a.	8,57	n.a.	14,87
19,10	n.a.	-2,38	n.a.	3,91
16,80	n.a.	8,07	n.a.	14,37
22,00	n.a.	49,87	n.a.	56,17
112,00	n.a.	-10,13	n.a.	-3,84
11,88	n.a.	-4,41	n.a.	1,88
11,71	2,25	-9,23	3,76	-143,88
47,70	n.a.	-8,18	n.a.	-1,88
22,40	n.a.	-0,83	n.a.	5,46
8,75	n.a.	30,53	n.a.	36,82
8,24	n.a.	0,83	n.a.	7,12
3,00	n.a.	13,37	n.a.	19,67
34,00	n.a.	7,87	n.a.	14,17
8,86	1,08	-70,64	-24,82	-188,87
2,00	1,00	13,87	-22,76	-145,59
40,00	n.a.	-11,13	n.a.	-4,84
23,00	n.a.	64,37	n.a.	70,67
13,00	n.a.	-76,63	n.a.	-70,34
17,00	n.a.	78,37	n.a.	84,67
1,77	n.a.	-175,46	n.a.	-169,16
32,00	n.a.	-97,13	n.a.	-90,84
54,30	0,00	6,77	-36,26	-155,89
20,03	n.a.	-12,02	-26,04	-160,17

GENERALE			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	332,29	34,18	#DIV/0!
MIN	155,68	0,00	0,00
MAX	617,24	85,15	0,00
ST	61,58	26,01	47,27
VAL. ASS.	331,13	36,26	324,84

ELISA			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	347,42	51,10	298,36
MIN	215,00	32,50	135,00
MAX	617,24	85,15	404,50
ST	53,13	23,34	91,04
VAL. ASS.	331,13	44,22	329,53

HPLC			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	309,60	8,79	258,46
MIN	155,68	0,00	135,97
MAX	409,50	13,50	0,00
ST	71,70	6,01	99,33
VAL. ASS.	328,95	10,83	244,25



E: Metodica ELISA
H: metodica HPLC
n.a.: non applicabile



RTFM1
OTTOBRE '16

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: ng/kg

TUTTI I METODI

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	28	322,52	45,08	177,17	15,93	62,61	4,94	19,41	18,77	!
2	10	34,17	3,87	73,64	1,37	26,02	4,00	76,15	76,05	

ELISA

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	16	332,209	38,745	152,83	13,69	54,005	4,121	16,26	15,73	!
2	6	51,092	4,845	52,03	1,71	18,383	3,351	35,98	35,83	

HPLC

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	12	309,60	52,35	206,26	18,50	72,883	5,975	23,54	22,77	
2	4	8,79	1,473	17,05	0,52	6,026	5,92	68,55	68,29	

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	1	12	377,00	265,00	Outlier per Test di Cochran
2	1	3	629,30	605,10	Outlier per Test di Grubbs

LEGENDA

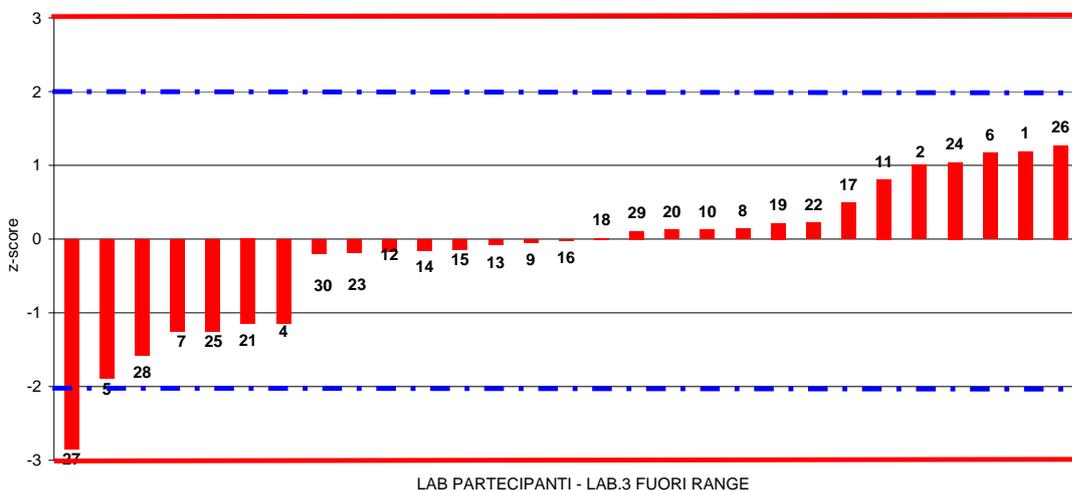
r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
OUT	outlier



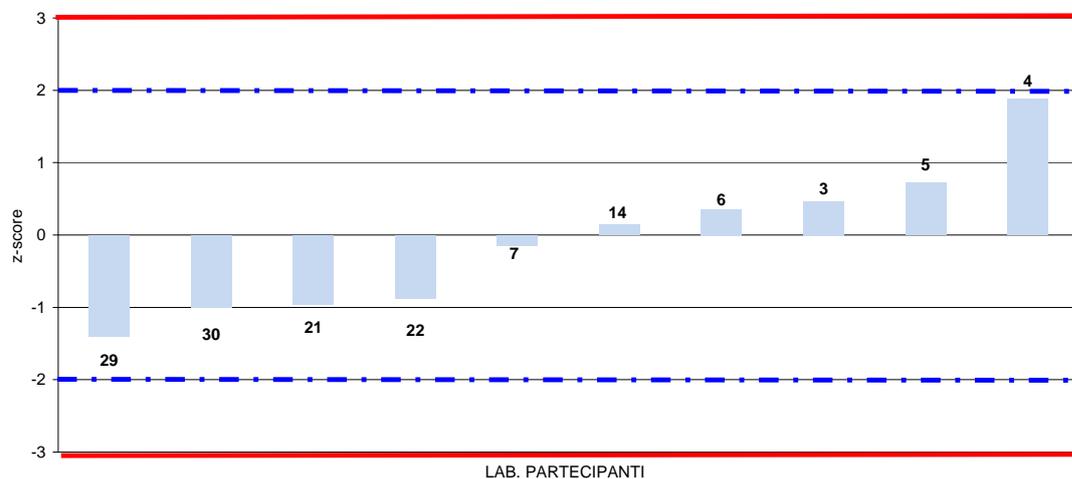
RING TEST AFLATOSSINA M1 FORMAGGIO - OTTOBRE 2016

ORDINAMENTO LABORATORI (GENERALE)

FORMAGGIO 1



FORMAGGIO 2



LAB. 1,2,11,12,13,15,17,18,19,20,23,24,25,27 ASSENTI DAL CALCOLO DELLO ZSCORE - RISULTATO: CONFORME

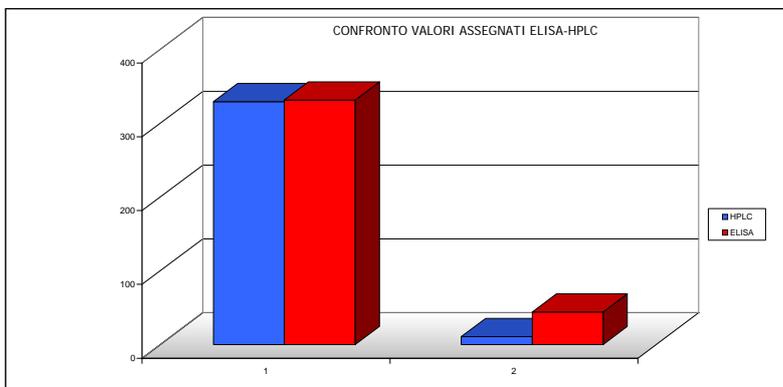
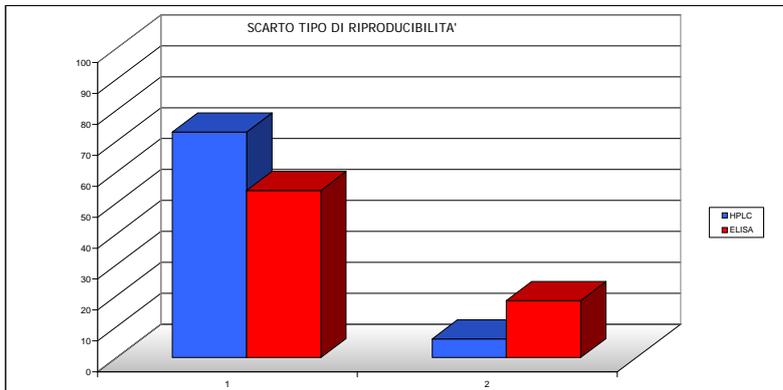
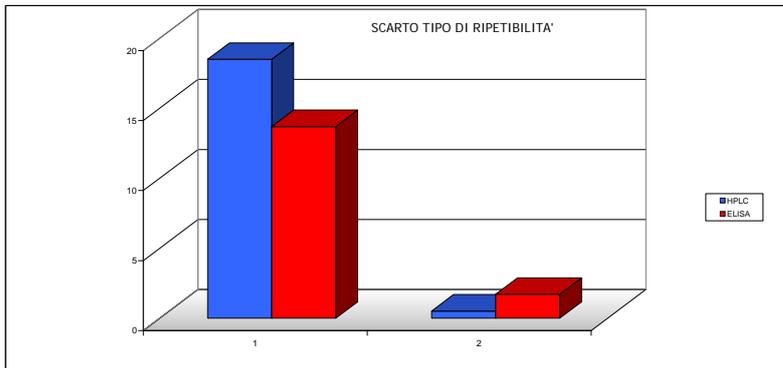
LAB. 8,9,10,16,26 ASSENTI DAL CALCOLO DELLO ZSCORE - RISULTATO: NON CONFORME

LAB. 28 ASSENTE DAL CALCOLO DELLO ZSCORE - RISULTATO: NON DISPONIBILE



CONFRONTO ELISA-HPLC

Campione	HPLC			ELISA		
	val. ass.	S _r	S _R	val. ass.	S _r	S _R
1	328,95	18,50	72,88	331,13	13,69	54,01
2	10,83	0,52	6,03	44,22	1,71	18,38



LEGENDA

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