



**Associazione Italiana Allevatori**  
**Laboratorio Standard Latte**

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

RING TEST FUMONISINE  
NELLA FARINA DI MAIS  
MAGGIO 2011

**PROGRAMMA** D<sub>ATI</sub>A<sub>nalisi</sub> M<sub>etodi</sub>O<sub>rganizzazione</sub> C<sub>onfronti</sub>L<sub>aboratori</sub>E<sub>sperti</sub>



## **ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI**

Laboratorio Standard Latte

**RING TEST FUMONISINE – MAGGIO 2011**

### **INDICE**

Elenco laboratori .....	pag. 3
Valutazione Ring Test .....	pag. 4
ELISA ed HPLC .....	pag. 7

# RING TEST FUMONISINE

## MARZO 2011

### ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

- 1 AGRICOLA TRE VALLI
- 2 BIOCHEMICAL SERVICE
- 3 BRAVA SRL
- 4 CONSAL
- 5 LABORATORIO STANDARD LATTE
- 6 LABORATORIO VAILATI
- 7 MADE HSE
- 8 MOLINO PEILA

Laboratori partecipanti	8
Sessioni di lavoro per HPLC	3
Sessioni di lavoro per ELISA	5
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	11 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	25 maggio
% dei risultati ricevuti nei limiti indicat	95%
Ultimi risultati ricevuti	3 Giugno
Invio delle elaborazioni statistiche	10 giugno
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	30

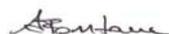
Per l'organizzazione e l'elaborazione dei dati del RING TEST, il Laboratorio Standard Latte segue in modo conforme i requisiti previsti nei seguenti documenti o norme:

- 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. 65, n°9 pp.2123-2144, 1993 (The International harmonized protocol for the proficiency testing of analytical laboratories);
- FIL/IDF 135 B: 1991 (Precision characteristics of analytical methods- outline of collaborative study procedure;
- ISO-IEC 17043:2010 (Conformity assessment – General requirements fro 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 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

Annunziata Fontana





## 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:

$$ZS = \frac{m-VAL\ RIF}{st}$$

Dove: m = media dei risultati di analisi di ogni laboratorio  
VAL RIF = valore di riferimento (mediana)  
st = scarto tipo

Come riportato nella pubblicazione "The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories (Pure & Appl. Chem. Vol. 65, n. 9 pp 2123 – 2144, 1993) 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 di riferimento. 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 riferimento / 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.



RING TEST DI .....

CONTENUTO IN .....

**1** → 1      2      3      4      5      6      7      8      9      10      11      12      13

**2** {

1	2,39	2,53	2,58	2,55	2,50	2,54	2,45	2,45	2,50	2,56	2,56	2,56	2,52
2	3,79	3,97	3,98	3,93	3,84	3,97	3,94	3,94	3,91	3,99	3,99	3,99	3,98
3	3,56	3,51	3,53	3,42	3,44	3,54	3,40	3,40	3,49	3,58	3,58	3,58	3,56
4	3,44	3,53	3,48	3,38	3,43	3,49	3,36	3,36	3,46	3,53	3,53	3,53	3,51
1	2,38	2,55	2,57	2,56	2,50	2,55	2,42	2,42	2,49	2,52	2,52	2,52	2,52
2	3,78	4,00	3,97	3,90	3,84	3,98	3,85	3,85	3,91	4,02	4,02	4,02	3,95
3	3,55	3,53	3,51	3,42	3,45	3,54	3,37	3,37	3,49	3,55	3,55	3,55	3,55
4	3,43	3,50	3,50	3,39	3,43	3,50	3,30	3,30	3,46	3,52	3,52	3,52	3,51

**4**

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

**3** {

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL RIF
1	2,385	<b>2,540</b>	2,575	2,555	2,500	2,545	2,435	2,435	<b>2,540</b>	2,540	2,540	2,540	2,520	2,512	2,385	2,575	0,057	<b>2,540</b>
2	3,785	3,985	3,975	3,915	3,840	3,975	3,895	3,895	3,910	4,005	4,005	4,005	3,965	3,935	3,785	4,005	0,069	<b>3,965</b>
3	3,555	3,520	3,520	3,420	3,445	3,540	3,385	3,385	3,490	3,565	3,565	3,565	3,555	3,501	3,385	3,565	0,069	<b>3,520</b>
4	3,435	3,515	3,490	3,385	3,430	3,495	3,330	3,330	3,460	3,525	3,525	3,525	3,510	3,458	3,330	3,525	0,071	<b>3,490</b>
m lab	3,290	3,390	3,390	3,319	3,304	3,389	3,261	3,261	3,350	3,409	3,409	3,409	3,388	3,351	3,261	3,409	0,057	<b>3,388</b>

**6**

Z SCORE CALCOLATO CON VALORE DI RIFERIMENTO

**7** {

ZS CAMP,1	-2,718	<b>0,000</b>	0,614	0,263	-0,701	0,088	-1,841	-1,841	<b>0,000</b>	0,000	0,000	0,000	-0,351
ZS CAMP,2	-2,611	0,290	0,145	-0,725	-1,813	0,145	-1,015	-1,015	-0,798	0,580	0,580	0,580	0,000
ZS CAMP,3	0,507	0,000	0,000	-1,450	-1,087	0,290	-1,957	-1,957	-0,435	0,652	0,652	0,652	0,507
ZS CAMP,4	-0,770	0,350	0,000	-1,470	-0,840	0,070	-2,240	-2,240	-0,420	0,490	0,490	0,490	0,280
ZS LAB	-1,712	0,044	0,044	-1,207	-1,471	0,022	-2,217	-2,217	-0,659	0,373	0,373	0,373	0,000

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO CALCOLATO

**8** {

1	-0,155	<b>0,000</b>	0,035	0,015	-0,040	0,005	-0,105	-0,105	<b>0,000</b>	0,000	0,000	0,000	-0,020
2	-0,180	0,020	0,010	-0,050	-0,125	0,010	-0,070	-0,070	-0,055	0,040	0,040	0,040	0,000
3	0,035	0,000	0,000	-0,100	-0,075	0,020	-0,135	-0,135	-0,030	0,045	0,045	0,045	0,035
4	-0,055	0,025	0,000	-0,105	-0,060	0,005	-0,160	-0,160	-0,030	0,035	0,035	0,035	0,020
m diff	-0,089	0,011	0,011	-0,060	-0,075	0,010	-0,118	-0,118	-0,029	0,030	0,030	0,030	0,009
st diff	0,099	0,013	0,017	0,056	0,036	0,007	0,039	0,039	0,022	0,020	0,020	0,020	0,024
D	0,133	0,017	0,020	0,082	0,083	0,012	0,124	0,124	0,037	0,036	0,036	0,036	0,025

**9**

SLOPE	0,955	0,986	1,022	1,061	1,055	0,995	0,987	0,987	1,038	0,970	0,970	0,970	0,977
BIAS	0,238	0,035	-0,086	-0,143	-0,106	0,006	0,161	0,161	-0,099	0,074	0,074	0,074	0,068
CORREL.	0,988	1,000	1,000	0,997	1,000	1,000	0,998	0,998	1,000	1,000	1,000	1,000	0,999



**RING TEST  
FUMONISINE  
MARZO '11**

# ELISA ED HPLC

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8
1	<1000	208,000	400	1223	1768	1824	870	300
2	1180	50,000	700	3382	3870	4310	2270	667
1	<1000	219,000	400	1223	1793	1894	970	305
2	1210	81,000	700	3564	4338	4150	2350	677

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8
1	660	214	400	1223	1781	1859	920	303
2	1195	66	700	3473	4104	4230	2310	672

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL RIF	*CONTAMINAZIONE
957	214	1859	690	660	977
2094	66	4230	1666	1195	2554

DIFFERENZA TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0	-11	0	0	-25	-70	-100	-5
2	-30	-31	0	-182	-468	160	-80	-10

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8
ZS CAMP 1	0,000	-0,647	-0,377	0,816	1,624	1,738	0,377	-0,518
ZS CAMP 2	0,000	-0,678	-0,297	1,367	1,746	1,821	0,669	-0,314

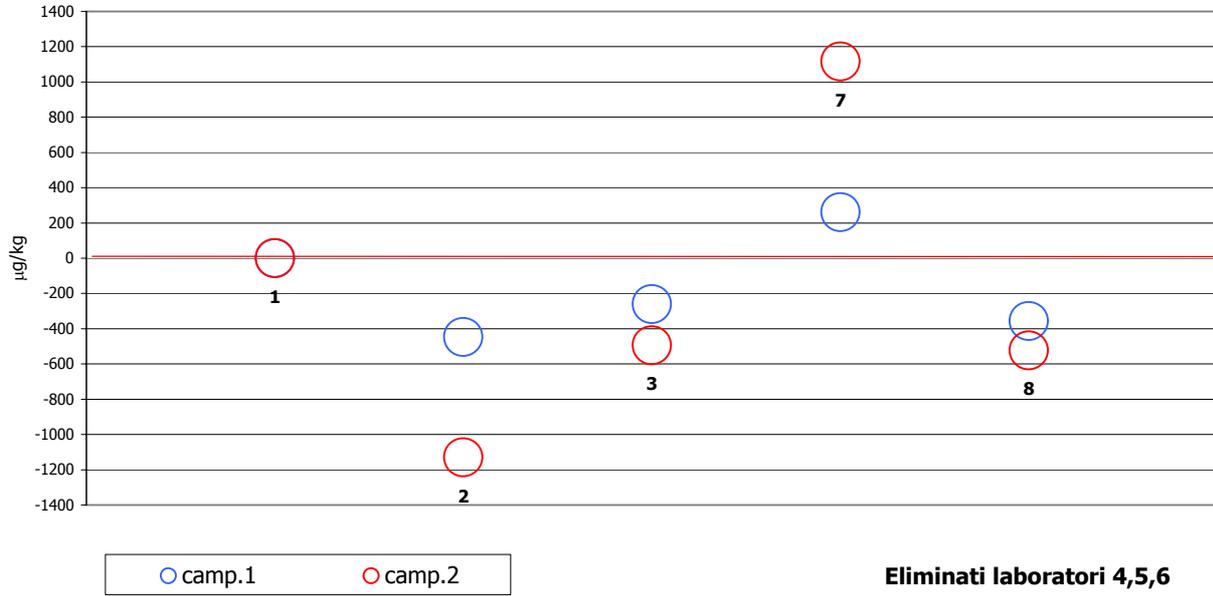
DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0	-447	-260	563	1121	1199	260	-358
2	0	-1130	-495	2278	2909	3035	1115	-523

\* CONTAMINAZIONE: LIVELLO DI CONCENTRAZIONE ATTESO



### DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO



### Z-SCORE CAMPIONI

