



**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 OCRATOSSINA A NEL GRANO

lotto RTOTA 260515

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



## **ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI**

Laboratorio Standard Latte

**RING TEST OCRATOSSINA A – MAGGIO 2015**

### **INDICE**

Elenco laboratori .....	pag. 3
Valutazione Ring Test .....	pag. 4
Ranking .....	pag. 8
ELISA ed HPLC .....	pag. 9



# RING TEST OCRATOSSINA A

## Maggio 2015

### ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ASSOCIAZIONE REGIONALE ALLEVATORI CREMA  
AGRICOLA TREVALLI  
ASSOCIAZIONE REGIONALE ALLEVATORI TORINO  
BIOCHEMICAL SERVICE  
CAMPOVERDE  
EUROQUALITY  
LABORATORIO ANALISI DOTT. SETTIMELLI  
LABORATORIO STANDARD LATTE  
NIC-AL SnC  
STUDIO SIMONAZZI

Laboratori partecipanti	10
Sessioni di lavoro per HPLC	7
Sessioni di lavoro per ELISA	3
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	26 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	9 giugno
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	80%
Ultimi risultati ricevuti	10 giugno
Invio delle elaborazioni statistiche	19 giugno
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	17
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**

L'ordinamento dei laboratori è stato eseguito sul valore assoluto dello Zscore del laboratorio.

➤ **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.



## **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)

# 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	< 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

2

**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	28,84	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	56,00
m lab	25,63	35,84	21,05	27,25	24,89	32,37	21,90	23,56	22,87	27,09	25,26	22,21	20,83	23,15	31,36	20,35	34,50

4

MEDIA	MIN	MAX	ST	VALORE ASSEGNATO
10,72	7,50	14,55	2,25	10,14
18,36	11,30	27,49	4,23	17,06
33,76	23,75	44,00	6,54	33,15
40,84	27,15	63,85	10,00	39,01
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	-0,238	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	-0,690	-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	0,037	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
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

9

SLOPE	BIAS	CORREL.
0,810	0,569	0,958
0,098	4,452	4,673
0,890	0,969	0,882
0,924	-0,328	0,993
1,582	-14,527	0,950
0,724	1,422	0,999
0,956	3,902	0,945
0,997	1,361	0,992
1,099	-0,402	0,996
0,908	0,247	0,998
0,967	0,423	0,999
1,178	-1,309	0,998
1,261	-1,439	0,996
1,063	0,229	0,998
0,796	-0,127	0,981
1,246		0,994
0,686		0,995
1,166		



**RING TEST OTA A  
MAGGIO '15**

# ORDINAMENTO LABORATORI

ELISA ED HPLC			
ORD	LAB	ZSCORE LAB*	%
1	7	0,057	10%
2	10	0,057	20%
3	3	0,115	30%
4	9	0,285	40%
5	1	0,361	50%
6	6	0,413	60%
7	8	0,923	70%
8	2	1,578	80%
9	4	3,216	90%
10	5	6,926	100%

\* ZSCORE LAB E' ESPRESSO IN VALORE ASSOLUTO





RING TEST OTA A  
MAGGIO '15

# ELISA ED HPLC

Unità di misura µg/Kg (ppb)

% RECUPERO	70%	n.a.	n.a.	--	70%	92%	--	91%	80%	n.a.
METODO DI ANALISI	HPLC	ELISA	ELISA	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	ELISA
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	6,50	3,00	<1	<0,01	20,70	3,01	7,46	11,30	8,00	6,60
CAMP.2	12,60	8,30	17,29	0,37	53,00	16,52	14,49	18,00	13,70	14,45
CAMP.1	7,70	3,80	2,46	<0,01	19,10	3,08	7,74	10,10	10,80	5,70
CAMP.2	12,60	8,10	23,53	0,33	43,60	16,10	15,28	17,10	15,50	16,70

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
CAMP.1	7,10	3,40	2,46	<0,01	<b>19,90</b>	3,05	7,60	10,70	9,40	6,15	7,75	2,46	19,90	<b>3,05</b>	<b>6,63</b>	5 10 -
CAMP.2	12,60	8,20	20,41	<b>0,35</b>	<b>48,30</b>	16,31	14,89	17,55	14,60	15,58	16,88	0,35	48,30	<b>3,59</b>	<b>15,23</b>	
media lab	9,85	5,80	11,44	<b>0,35</b>	<b>34,10</b>	9,68	11,24	14,13	12,00	10,86	11,94	0,35	34,10	<b>3,33</b>	<b>11,05</b>	

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ZS CAMP 1	0,156	-1,058	-1,366	--	<b>4,355</b>	-1,175	0,320	1,337	0,910	-0,156
ZS CAMP 2	-0,734	-1,961	1,445	<b>-4,150</b>	<b>9,223</b>	0,301	-0,096	0,647	-0,176	0,096
ZS LAB	-0,361	-1,578	0,115	<b>-3,216</b>	<b>6,926</b>	-0,413	0,057	0,923	0,285	-0,057

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	0,48	-3,23	-4,17	--	13,28	-3,58	0,98	4,08	2,78	-0,48
CAMP.2	-2,63	-7,03	5,18	-14,88	33,07	1,08	-0,35	2,32	-0,63	0,34

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	2,10	-1,60	-2,54	--	14,90	-1,96	2,60	5,70	4,40	1,15
CAMP.2	2,60	-1,80	10,41	-9,65	38,30	6,31	4,89	7,55	4,60	5,58

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	1,20	0,80	--	--	1,60	0,07	0,28	1,20	2,80	0,90
CAMP.2	0,00	0,20	6,24	0,04	9,40	0,42	0,79	0,90	1,80	2,25

\* CONTAMINAZIONE : LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE

Tutti i dati in entrata sono stati scrutinizzati al fine di evidenziare valori palesemente anomali (UNI ISO 5725-2 P. 7.2.5). Pertanto, i seguenti dati non sono stati considerati nei test statistici di Cochran e Grubbs:

CAMP	LAB	RIP1	RIP2
	2	4	0,37
	1	5	20,7
	2	5	53,0



**RING TEST OTA A  
MAGGIO '15**

