



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 OCRATOSSINA A
NELLA FARINA DI GRANO
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 OCRATOSSINA A – MAGGIO 2012

INDICE

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

RING TEST OCRATOSSINA A

Maggio 2012

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

AGENZIA DELLE DOGANE DI PALERMO

AGRICOLA TREVALLI

BIOCHEMICAL SERVICE

CEFIT

EUROQUALITY

LABORATORIO ANALISI DOTT. SETTIMELLI

LABORATORIO ANALISI ZOOTECHNICHE DOTT. MANCINELLI

LABORATORIO STANDARD LATTE

SEDAMYL SpA

Laboratori partecipanti	9
Sessioni di lavoro per HPLC	7
Sessioni di lavoro per ELISA	2
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	56%
Ultimi risultati ricevuti	05 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**

Nella tabella a pagina 9 è riportato l'ordinamento dei laboratori ottenuto dal calcolo della distanza euclidiana secondo la seguente formula:

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

dove:

D = distanza euclidiana dall'origine degli assi;

m diff = differenza tra la media dei risultati del laboratorio ed il valore assegnato;

st = scarto tipo delle differenze tra i singoli risultati del laboratorio e i singoli valori assegnato

La differenza dal valore assegnato (m diff) e lo scarto tipo delle differenze (ST) sono rilevabili nelle tabelle che riportano i risultati analitici.

➤ **Tabelle riportanti i risultati**

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

$$ZS = \frac{m - VAL \text{ ASS}}{st}$$

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 e 9 dell'esempio, non sono riportati in questa elaborazione statistica.



UNITA' DI MISURA ng/kg (ppt)

HPLC

UNITA' DI MISURA ng/kg (ppt)

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

25,80

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

45,00

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

58,00

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

13,00

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

25,00

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

43,00

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

55,00

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

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

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

17,06

15,98

19,17

17,64

16,50

13,70

15,05

21,88

15,82

25,00

18,36

11,30

27,49

4,23

17,06

3

43,00

42,40

35,60

34,50

28,93

43,35

23,75

29,58

28,97

37,14

33,15

28,64

26,85

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

52,48

39,37

39,01

36,96

41,75

40,36

34,47

32,66

37,15

51,96

31,38

56,30

40,84

27,15

63,85

10,00

39,01

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

26,80

20,35

35,84

4,90

25,44

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

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

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

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

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 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)



RING TEST OTA A MAGGIO '12

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	ELISA ED HPLC		
	LAB	D	%
1	6	0,591	11%
2	3	0,890	22%
3	2	0,953	33%
4	7	1,000	44%
5	5	1,018	56%
6	8	1,880	67%
7	1	2,050	78%
8	9	2,064	89%
9	4	3,987	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



RING TEST OTA A
MAGGIO '12

ELISA ED HPLC

Unità di misura µg/Kg (ppb)

	ELISA	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	HPLC	ELISA
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
CAMP.1	2,00	1,10	1,00	1,64	1,35	2,10	1,05	0,59	2,47
CAMP.2	6,00	1,90	2,47	4,44	0,98	2,90	1,92	1,30	3,80
CAMP.3	7,00	4,10	3,91	10,83	5,21	5,60	3,90	2,62	7,89
CAMP.1	2,00	1,20	1,09	1,54	1,31	2,30	0,97	0,58	1,85
CAMP.2	4,00	1,80	2,41	4,71	1,07	2,60	1,97	1,44	3,64
CAMP.3	8,00	3,80	4,11	11,67	6,34	5,10	3,80	2,53	8,85

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
CAMP.1	2,00	1,15	1,05	1,59	1,33	2,20	1,01	0,59	2,16
CAMP.2	5,00	1,85	2,44	4,58	1,03	2,75	1,95	1,37	3,72
CAMP.3	7,50	3,95	4,01	11,25	5,78	5,35	3,85	2,57	8,37
media lab	4,83	2,32	2,50	5,81	2,71	3,43	2,27	1,51	4,75

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1,45	0,59	2,20	0,57	1,33	2
2,74	1,03	5,00	1,40	2,44	5
5,85	2,57	11,25	2,74	5,35	10
3,35	1,51	5,81	1,46	2,71	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ZS CAMP 1	1,176	-0,316	-0,500	0,456	0,000	1,526	-0,561	-1,307	1,456
ZS CAMP 2	1,823	-0,420	0,000	1,520	-1,008	0,221	-0,353	-0,763	0,912
ZS CAMP 3	0,784	-0,510	-0,488	2,150	0,155	0,000	-0,547	-1,012	1,101
ZS LAB	1,458	-0,270	-0,145	2,126	0,000	0,497	-0,303	-0,825	1,401

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
CAMP.1	0,67	-0,18	-0,29	0,26	0,00	0,87	-0,32	-0,75	0,83
CAMP.2	2,56	-0,59	0,00	2,14	-1,42	0,31	-0,50	-1,07	1,28
CAMP.3	2,15	-1,40	-1,34	5,90	0,43	0,00	-1,50	-2,78	3,02
m diff	1,79	-0,72	-0,54	2,77	-0,33	0,39	-0,77	-1,53	1,71
st diff	0,99	0,62	0,71	2,87	0,96	0,44	0,64	1,09	1,16
D	2,05	0,95	0,89	3,99	1,02	0,59	1,00	1,88	2,06

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
CAMP.1	0,00	-0,85	-0,96	-0,41	-0,67	0,20	-0,99	-1,42	0,16
CAMP.2	0,00	-3,15	-2,56	-0,43	-3,98	-2,25	-3,06	-3,63	-1,28
CAMP.3	-2,50	-6,05	-5,99	1,25	-4,23	-4,65	-6,15	-7,43	-1,63

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

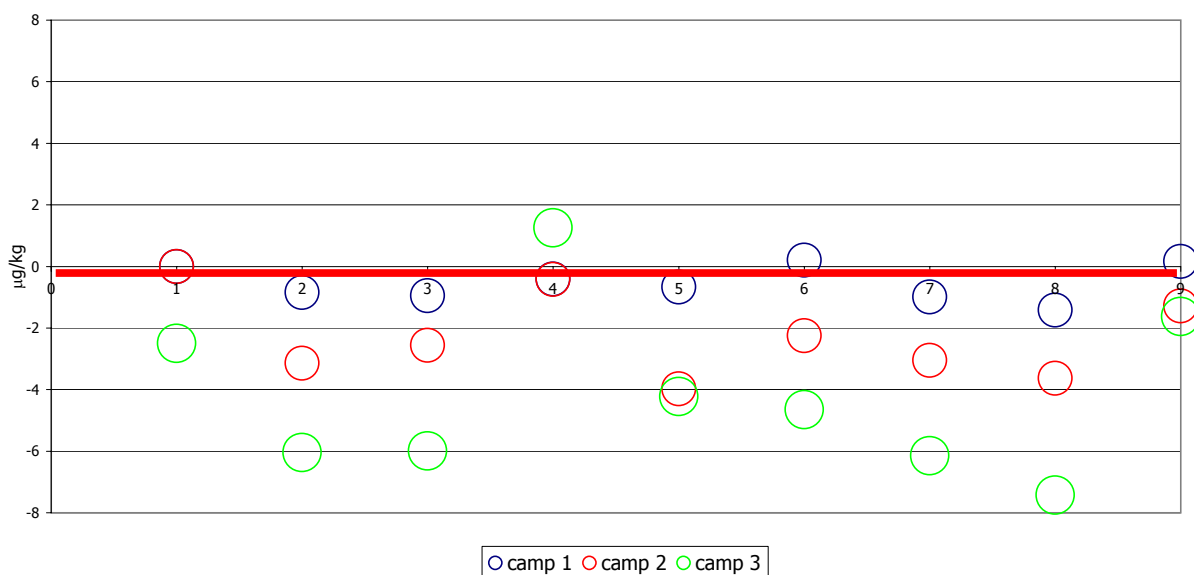
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9
CAMP.1	0,00	0,10	0,09	0,10	0,04	0,20	0,08	0,01	0,62
CAMP.2	2,00	0,10	0,06	0,27	0,09	0,30	0,05	0,14	0,16
CAMP.3	1,00	0,30	0,20	0,84	1,13	0,50	0,10	0,09	0,96

* CONTAMINAZIONE : LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE



RING TEST OTA A
MAG '12

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE



Z-SCORE CAMPIONI

