



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
NEL GRANO
MAGGIO 2011

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 2011

INDICE

Elenco laboratori	pag. 3
Valutazione Ring Test	pag. 4
HPLC	pag. 6
ELISA.....	pag. 7
ELISA ed HPLC	pag. 8
ELISA confrontato con val. rif. HPLC	pag. 9
Z-SCORE	pag. 10
Grafico confronto	pag. 11



RING TEST OCRATOSSINA A

Maggio 2011

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

- 1 AGRICOLA TREVALLI
- 2 BIOCHEMICAL SERVICE
- 3 CEFIT
- 4 CO. RI.BIA.
- 5 CONSAL
- 6 EUROQUALITY
- 7 LABORATORIO ANALISI DOTT. SETTIMELLI
- 8 LABORATORIO STANDARD LATTE
- 9 LABORATORIO ROCCHI
- 10 MADE HSE
- 11 SEDAMYL SpA

Laboratori partecipanti	11
Sessioni di lavoro per HPLC	7
Sessioni di lavoro per ELISA	4
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	10 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	25 maggio
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	90%
Ultimi risultati ricevuti	01 giugno
Invio delle elaborazioni statistiche	10 giugno
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	30
Responsabile dell'elaborazione	Luciana Castellano

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 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

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

Sono state eseguite le seguenti elaborazioni:

METODO HPLC

METODO ELISA

METODI ELISA E HPLC

METODO ELISA CONFRONTATO CON VALORE DI RIFERIMENTO CALCOLATO MEDIANTE HPLC

➤ Ordinamento laboratori

L'ordinamento dei laboratori non è stato allegato al presente RT per evitare sovrapposizioni con il calcolo del valore dello ZS dei singoli laboratori.

➤ Tabelle riportanti i risultati

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 compresi tra 0 e 1 di ZS sono nella situazione auspicabile. Quelli compresi nella fascia tra 1 e 2 hanno una posizione soddisfacente. I laboratori compresi tra 2 e 3 sono nella fascia di allarme e quelli posti oltre il 3 sono "fuori controllo".

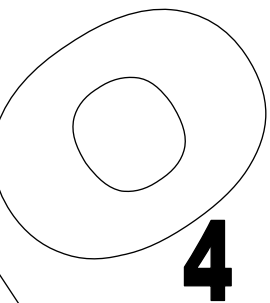
Non sono stati eseguiti i test di Cochran e Grubbs per la determinazione dei laboratori outliers , ed il calcolo per la determinazione dei valori precisione (ripetibilità e riproducibilità) a causa dell'esiguo numero di laboratori che non permette un'elaborazione statistica significativa (ISO 5725:1994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



RING TEST DI

CONTENUTO IN

1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	
	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
2	4	3,44	3,53	3,48	3,38	3,43	3,49	3,36	3,36	3,46	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	3,78	4,00	3,97	3,90	3,84	3,98	3,85	3,85	3,91	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	4	3,43	3,50	3,50	3,39	3,43	3,50	3,30	3,30	3,46	3,52	3,52	3,51	



MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

3	1	2,385	2,540	2,575	2,555	2,500	2,545	2,435	2,435	2,540	2,540	2,540	2,540	2,520
	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	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
	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
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

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL RIF
2,512	2,385	2,575	0,057	2,540
3,935	3,785	4,005	0,069	3,965
3,501	3,385	3,565	0,069	3,520
3,458	3,330	3,525	0,071	3,490
3,351	3,261	3,409	0,057	3,388

Z SCORE CALCOLATO CON VALORE DI RIFERIMENTO

7	ZS CAMP,1	-2,718	0,000	0,614	0,263	-0,701	0,088	-1,841	-1,841	0,000	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	0,000	0,035	0,015	-0,040	0,005	-0,105	-0,105	0,000	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 OTA A
MAGGIO '11

HPLC

Unità di misura µg/Kg (ppb)

LAB	1	2	3	4	5	6	7
CAMP.1	3,93	5,92	4,88	4,66	5,70	0,45	6,72
CAMP.2	6,72	8,61	10,04	9,16	10,80	5,73	11,92
CAMP.3	10,30	12,14	13,09	11,98	13,90	6,50	15,73
CAMP.1	3,99	5,90	5,08	4,54	6,00	0,41	6,48
CAMP.2	7,07	8,56	10,34	9,12	10,60	5,79	11,58
CAMP.3	10,66	12,16	13,18	12,10	14,10	6,69	16,02

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7
CAMP.1	3,96	5,91	4,98	4,60	5,85	0,43	6,60
CAMP.2	6,90	8,59	10,19	9,14	10,70	5,76	11,75
CAMP.3	10,48	12,15	13,14	12,04	14,00	6,60	15,88
media lab	7,11	8,88	9,44	8,59	10,18	4,26	11,41

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
4,62	0,43	6,60	2,05	4,98	5
9,00	5,76	11,75	2,12	9,14	10
12,04	6,60	15,88	2,94	12,15	14
8,55	4,26	11,41	2,32	8,88	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7
ZS CAMP 1	-0,498	0,454	0,000	-0,185	0,424	-2,219	0,790
ZS CAMP 2	-1,059	-0,262	0,495	0,000	0,736	-1,594	1,231
ZS CAMP 3	-0,568	0,000	0,335	-0,037	0,629	-1,890	1,267
ZS LAB	-0,764	0,000	0,239	-0,124	0,562	-1,994	1,091

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7
CAMP.1	-1,02	0,93	0,00	-0,38	0,87	-4,55	1,62
CAMP.2	-2,25	-0,56	1,05	0,00	1,56	-3,38	2,61
CAMP.3	-1,67	0,00	0,98	-0,11	1,85	-5,56	3,73

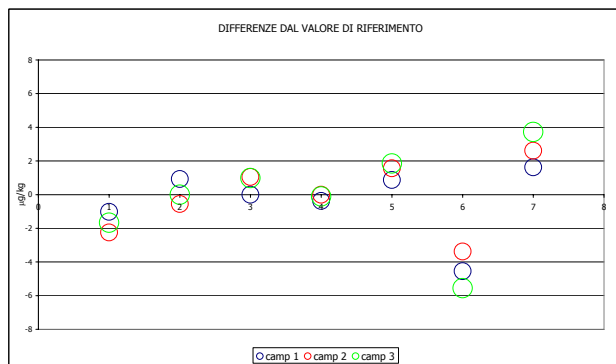
DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7
CAMP.1	-1,04	0,91	-0,02	-0,40	0,85	-4,57	1,60
CAMP.2	-3,11	-1,42	0,19	-0,86	0,70	-4,24	1,75
CAMP.3	-3,52	-1,85	-0,87	-1,96	0,00	-7,41	1,88

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7
CAMP.1	0,06	0,02	0,20	0,12	0,30	0,04	0,24
CAMP.2	0,35	0,05	0,30	0,04	0,20	0,06	0,34
CAMP.3	0,36	0,02	0,09	0,12	0,20	0,19	0,29

* CONTAMINAZIONE : LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE





RING TEST OTA A
MAGGIO '11

ELISA

Unità di misura µg/Kg (ppb)

LAB	8	9	10	11
CAMP.1	0,59	4,70	0,00	7,25
CAMP.2	2,92	5,20	7,00	9,96
CAMP.3	4,66	6,50	12,00	12,51
CAMP.1	0,70	4,50	0,00	5,43
CAMP.2	2,26	5,60	7,00	10,16
CAMP.3	5,15	6,50	11,00	13,81

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	8	9	10	11	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
CAMP.1	0,65	4,60	0,00	6,34	2,90	0,00	6,34	3,07	2,62	5
CAMP.2	2,59	5,40	7,00	10,06	6,26	2,59	10,06	3,12	6,20	10
CAMP.3	4,91	6,50	11,50	13,16	9,02	4,91	13,16	3,94	9,00	14
media lab	2,71	5,50	6,17	9,85	6,06	2,71	9,85	2,94	5,83	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	8	9	10	11
ZS CAMP 1	-0,645	0,645	-0,855	1,212
ZS CAMP 2	-1,157	-0,256	0,256	1,237
ZS CAMP 3	-1,039	-0,634	0,634	1,056
ZS LAB	-1,062	-0,113	0,113	1,368

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	8	9	10	11
CAMP.1	-1,98	1,98	-2,62	3,72
CAMP.2	-3,61	-0,80	0,80	3,86
CAMP.3	-4,10	-2,50	2,50	4,16

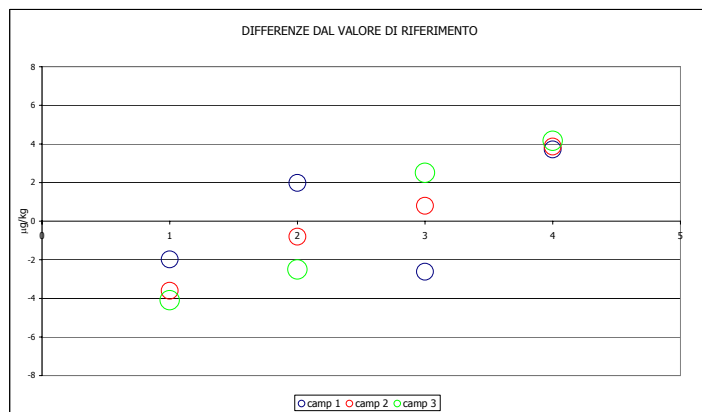
DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	8	9	10	11
CAMP.1	-4,35	-0,40	-5,00	1,34
CAMP.2	-7,41	-4,60	-3,00	0,06
CAMP.3	-9,10	-7,50	-2,50	-0,84

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	8	9	10	11
CAMP.1	0,10	0,20	0,00	1,82
CAMP.2	0,66	0,40	0,00	0,20
CAMP.3	0,49	0,00	1,00	1,30

* CONTAMINAZIONE : LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE





RING TEST OTA A
MAGGIO '11

ELISA ED HPLC

Unità di misura µg/Kg (ppb)

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
CAMP.1	3,93	5,92	4,88	4,66	5,70	0,45	6,72	0,59	4,70	0,00	7,25
CAMP.2	6,72	8,61	10,04	9,16	10,80	5,73	11,92	2,92	5,20	7,00	9,96
CAMP.3	10,30	12,14	13,09	11,98	13,90	6,50	15,73	4,66	6,50	12,00	12,51
CAMP.1	3,99	5,90	5,08	4,54	6,00	0,41	6,48	0,70	4,50	0,00	5,43
CAMP.2	7,07	8,56	10,34	9,12	10,60	5,79	11,58	2,26	5,60	7,00	10,16
CAMP.3	10,66	12,16	13,18	12,10	14,10	6,69	16,02	5,15	6,50	11,00	13,81

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
CAMP.1	3,96	5,91	4,98	4,60	5,85	0,43	6,60	0,65	4,60	0,00	6,34
CAMP.2	6,90	8,59	10,19	9,14	10,70	5,76	11,75	2,59	5,40	7,00	10,06
CAMP.3	10,48	12,15	13,14	12,04	14,00	6,60	15,88	4,91	6,50	11,50	13,16
media lab	7,11	8,88	9,44	8,59	10,18	4,26	11,41	2,71	5,50	6,17	9,85

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
3,99	0,00	6,60	2,47	4,60	5
8,01	2,59	11,75	2,74	8,59	10
10,94	4,91	15,88	3,49	12,04	14
7,65	2,71	11,41	2,72	8,59	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
ZS CAMP 1	-0,259	0,531	0,154	0,000	0,506	-1,688	0,810	-1,601	0,000	-1,863	0,705
ZS CAMP 2	-0,616	0,000	0,585	0,202	0,771	-1,029	1,153	-2,185	-1,161	-0,578	0,538
ZS CAMP 3	-0,447	0,032	0,314	0,000	0,562	-1,561	1,099	-2,045	-1,588	-0,155	0,321
ZS LAB	-0,545	0,106	0,310	0,000	0,585	-1,593	1,035	-2,162	-1,138	-0,892	0,463

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
CAMP.1	-0,64	1,31	0,38	0,00	1,25	-4,17	2,00	-3,95	0,00	-4,60	1,74
CAMP.2	-1,69	0,00	1,61	0,56	2,12	-2,83	3,17	-6,00	-3,19	-1,59	1,48
CAMP.3	-1,56	0,11	1,10	0,00	1,96	-5,45	3,84	-7,14	-5,54	-0,54	1,12

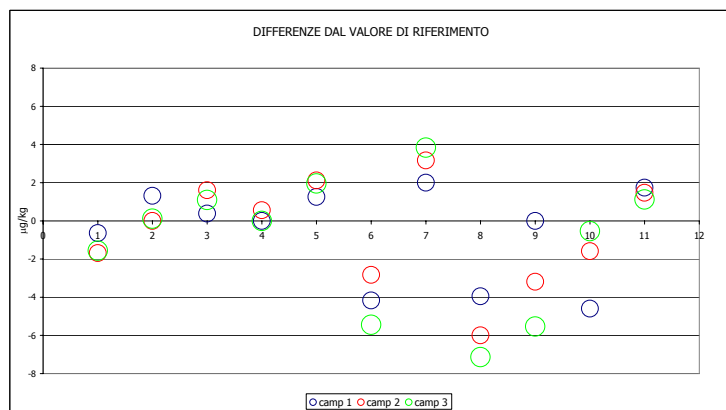
DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
CAMP.1	-1,04	0,91	-0,02	-0,40	0,85	-4,57	1,60	-4,35	-0,40	-5,00	1,34
CAMP.2	-3,11	-1,42	0,19	-0,86	0,70	-4,24	1,75	-7,41	-4,60	-3,00	0,06
CAMP.3	-3,52	-1,85	-0,87	-1,96	0,00	-7,41	1,88	-9,10	-7,50	-2,50	-0,84

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
CAMP.1	0,06	0,02	0,20	0,12	0,30	0,04	0,24	0,10	0,20	0,00	1,82
CAMP.2	0,35	0,05	0,30	0,04	0,20	0,06	0,34	0,66	0,40	0,00	0,20
CAMP.3	0,36	0,02	0,09	0,12	0,20	0,19	0,29	0,49	0,00	1,00	1,30

* CONTAMINAZIONE : LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE





RING TEST OTA A
MAGGIO '11

ELISA CONFRONTATO CON VAL.RIF. HPLC

Unità di misura µg/Kg (ppb)

LAB	8	9	10	11
CAMP.1	0,59	4,70	0,00	7,25
CAMP.2	2,92	5,20	7,00	9,96
CAMP.3	4,66	6,50	12,00	12,51
CAMP.1	0,70	4,50	0,00	5,43
CAMP.2	2,26	5,60	7,00	10,16
CAMP.3	5,15	6,50	11,00	13,81

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

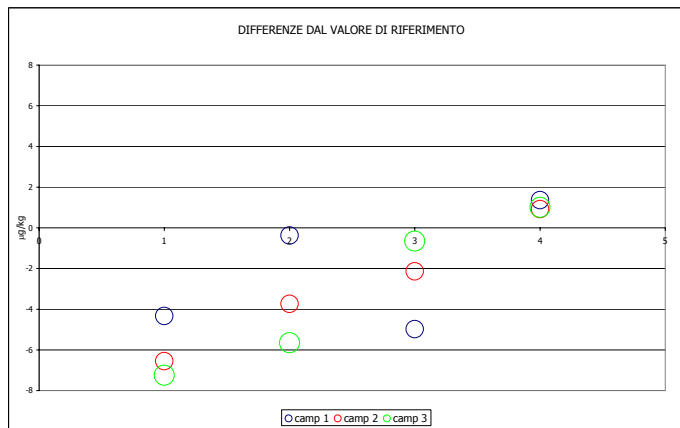
LAB	8	9	10	11	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF
CAMP.1	0,65	4,60	0,00	6,34	2,90	0,00	6,34	2,05	4,98
CAMP.2	2,59	5,40	7,00	10,06	6,26	2,59	10,06	2,12	9,14
CAMP.3	4,91	6,50	11,50	13,16	9,02	4,91	13,16	2,94	12,15
media lab	2,71	5,50	6,17	9,85	6,06	2,71	9,85	2,32	8,88

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	8	9	10	11
ZS CAMP 1	-2,115	-0,185	-2,430	0,664
ZS CAMP 2	-3,088	-1,763	-1,009	0,434
ZS CAMP 3	-2,465	-1,922	-0,221	0,344
ZS LAB	-2,663	-1,460	-1,172	0,420

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

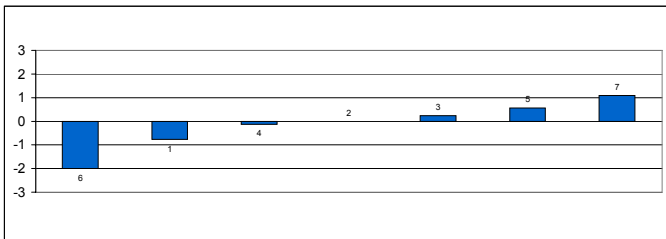
LAB	8	9	10	11
CAMP.1	-4,33	-0,38	-4,98	1,36
CAMP.2	-6,55	-3,74	-2,14	0,92
CAMP.3	-7,25	-5,65	-0,65	1,01



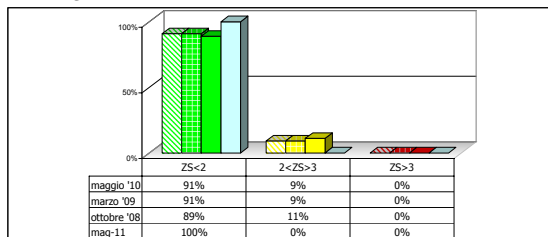


Z SCORE

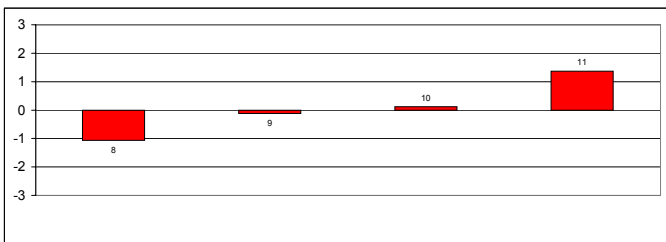
Z-SCORE LABORATORI HPLC



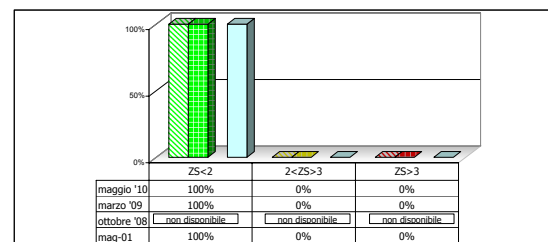
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC



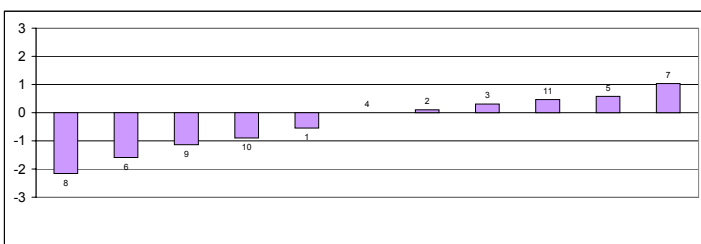
Z-SCORE LABORATORI ELISA



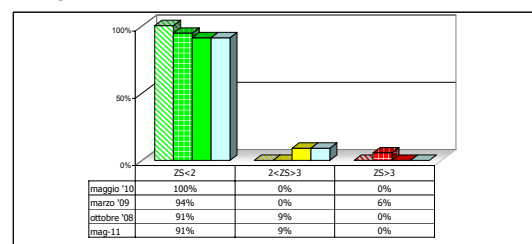
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC



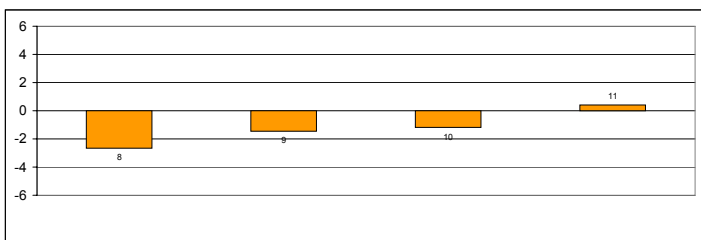
Z-SCORE LABORATORI ELISA ED HPLC



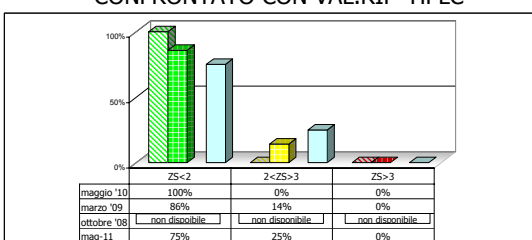
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC



Z-SCORE ELISA CONFRONTATO CON VAL.RIF HPLC



FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA CONFRONTATO CON VAL.RIF HPLC



CONFRONTO VALORI DI RIFERIMENTO E LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

Campione	HPLC	ELISA	HPLC +ELISA	CONTAMINAZIONE
1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	4,98	2,62	4,60	5
2 $\mu\text{g}/\text{kg}$	9,14	6,20	8,59	10
3 $\mu\text{g}/\text{kg}$	12,15	9,00	12,04	14

