



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 ZEARALENONE
NELLA FARINA DI MAIS
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 ZEARALENONE – MAGGIO 2011

INDICE

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



RING TEST ZEARALENONE

Maggio 2011

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

- 1 AGRICOLA TRE VALLI
- 2 BIOCHEMICAL SERVICE
- 3 BRAVA SRL
- 4 CEFIT
- 5 CHELAB
- 6 CONSAL
- 7 EUROQUALITY
- 8 LABORATORIO VAILATI
- 9 LABORATORIO ANALISI DOTT. SETTIMELLI
- 10 LAB REGIONAL DE VETERINARIA-VINHA BRAVA - PORTOGALLO
- 11 LABORATORIO STANDARD LATTE
- 12 MADE HSE
- 13 SEDAMYL SpA

Laboratori partecipanti	13
Sessioni di lavoro per HPLC	7
Sessioni di lavoro per ELISA	6
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	11 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	25 maggio
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	86%
Ultimi risultati ricevuti	03 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**

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	2,540	2,575	2,555	2,500	2,545	2,435	2,435	2,540	2,540	2,540	2,540	2,520	2,512	2,385	2,575	0,057	2,540
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	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	3,501	3,385	3,565	0,069	3,520
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	3,490
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	3,388

6

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 ZEA
MAGGIO '11

ELISA ED HPLC

Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$

LAB	ELISA 1	ELISA 2	ELISA 3	ELISA 4	ELISA 5	ELISA 6	HPLC 7	HPLC 8	HPLC 9	HPLC 10	HPLC 11	HPLC 12	HPLC 13
CAMP.1	154	40	178	119	165	185	N.R.	177	149	196	144	128	60
CAMP.2	499	318	540	479	336	359	N.R.	360	244	388	294	300	223
CAMP.1	152	59	180	95	163	190	N.R.	174	146	193	138	121	73
CAMP.2	441	402	537	476	342	408	N.R.	349	242	378	301	269	210

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
CAMP.1	153	50	179	107	164	187	--	176	147	195	138	121	67
CAMP.2	470	360	539	478	339	384	--	355	243	383	297	284	217

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. RIF	CONTAMINAZIONE*
140	50	195	47	150	183
362	217	539	97	357	332

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
CAMP.1	2	19	2	24	1	4	--	3	3	3	6	7	13
CAMP.2	58	83	3	3	6	50	--	11	3	10	7	31	13

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
ZS CAMP 1	0,060	-2,159	0,618	-0,929	0,298	0,799	--	0,543	-0,060	0,951	-0,271	-0,635	-1,799
ZS CAMP 2	1,163	0,030	1,871	1,241	-0,185	0,272	--	-0,030	-1,180	0,265	-0,619	-0,753	-1,455

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

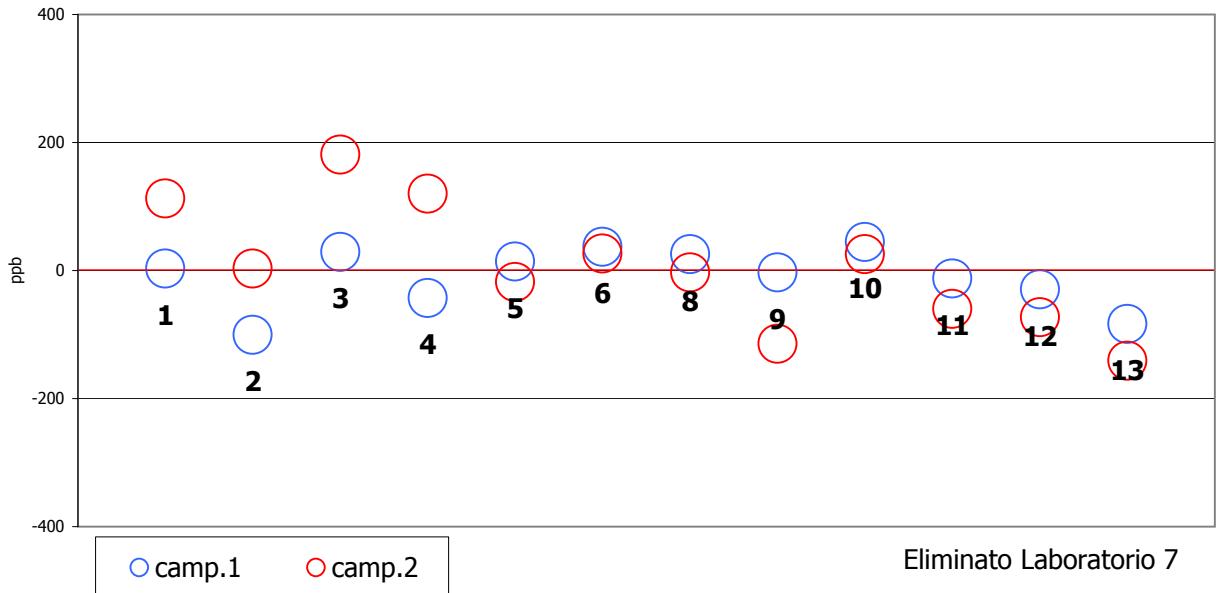
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
CAMP.1	3	-100	29	-43	14	37	--	25	-3	44	-13	-30	-84
CAMP.2	113	3	181	120	-18	26	--	-3	-114	26	-60	-73	-141

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
CAMP.1	-30	-133	-4	-76	-19	4	--	-8	-36	12	-45	-62	-117
CAMP.2	138	28	207	146	7	52	--	23	-89	51	-35	-48	-116



DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO



Z-SCORE CAMPIONI

