



A.I.A.

**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 2012**

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 2012

INDICE

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



RING TEST ZEARALENONE

Maggio 2012

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

AGRICOLA TRE VALLI

ASS.PROV. ALLEVATORI POTENZA

BIOCHEMICAL SERVICE

CEFIT

EUROQUALITY

LAB REGIONAL DE VETERINARIA-VINHA BRAVA - PORTOGALLO

LAB. ANALISI ZOOTECHNICHE DOTT. MANCINELLI

LABORATORIO ANALISI DOTT. SETTIMELLI

LABORATORIO STANDARD LATTE

SEDAMYL SpA

Laboratori partecipanti	10
Sessioni di lavoro per HPLC	5
Sessioni di lavoro per ELISA	5
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	70%
Ultimi risultati ricevuti	5 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**

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:

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

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.

UNITA' DI MISURA ng/kg (ppt)

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

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

2

LAB	52	53	54	55	56	57*	58*	59*	60*	61*	62*	63*	64	65	66*	67	68	MEDIA	MIN	MAX	ST	VALORE ASSEGNATO
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	28,84	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	56,00	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

3

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

4

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 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)



RING TEST ZEA
MAGGIO '12

ELISA ED HPLC

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

LAB	ELISA 1	ELISA 2	ELISA 3	HPLC 4	HPLC 5	HPLC 6	ELISA 7	HPLC 8	HPLC 9	ELISA 10
CAMP.1	179	254	133	77	153	156	102	67	173	243
CAMP.2	62	132	54	35	73	65	67	35	60	172
CAMP.1	162	261	138	75	139	151	118	68	142	245
CAMP.2	67	138	55	37	67	79	73	34	68	175

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	171	258	136	76	146	154	110	67	158	244
CAMP.2	65	135	55	36	70	72	70	35	64	174

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
152	67	258	62	150	200
77	35	174	44	67	100

DIFFERENZE TRA LE DUE RIPETIZIONI

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	17	7	5	2	14	5	16	2	31	2
CAMP.2	5	6	1	2	6	14	6	0	8	3

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ZS CAMP 1	0,336	1,729	-0,229	-1,183	-0,060	0,060	-0,638	-1,320	0,124	1,512
ZS CAMP 2	-0,059	1,556	-0,296	-0,720	0,059	0,106	0,059	-0,754	-0,078	2,431

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

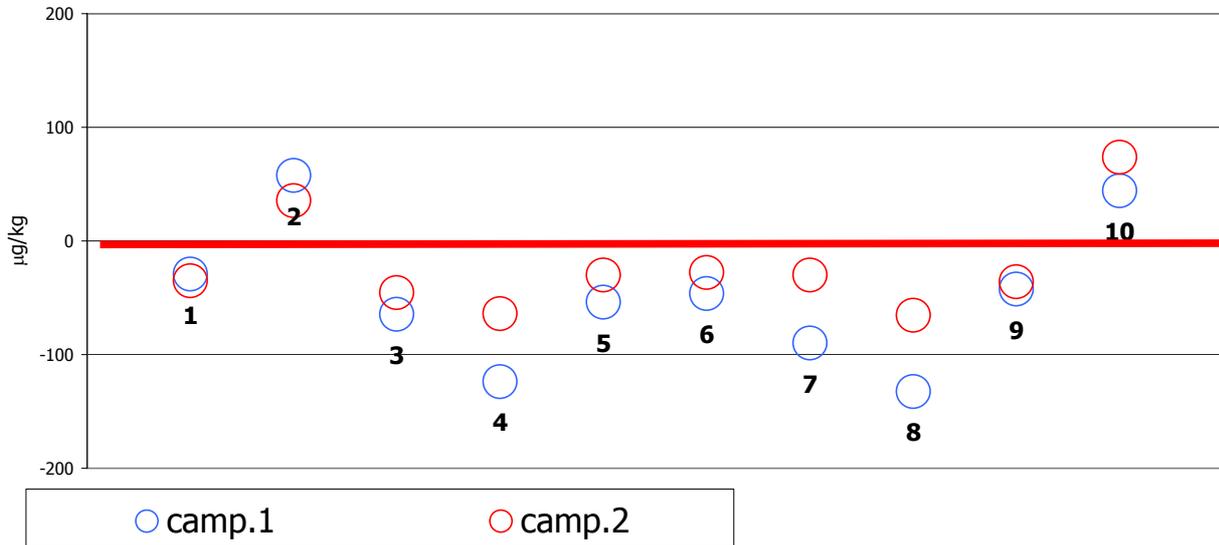
LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	21	108	-14	-74	-4	4	-40	-82	8	94
CAMP.2	-3	68	-13	-31	3	5	3	-33	-3	106

DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE

LAB	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CAMP.1	-29	58	-65	-124	-54	-46	-90	-133	-43	44
CAMP.2	-35	35	-46	-64	-30	-28	-30	-65	-36	74



DIFFERENZE DAL LIVELLO DI CONTAMINAZIONE



Z-SCORE CAMPIONI

