



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

Dati **A**nalisi **M**etodi **O**rganizzazione **C**onfronti **L**aboratori **E**sperti

RING TEST AFLATOSSINA B1

MARZO 2016

LOTTO RTB1 220316

VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail ls1@aia.it



Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte
INDICE

Indice.....	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del Ring Test.....	pag. 4
Valutazione del Ring Test	pag. 7
Elenco laboratori	pag. 8
Incertezza di misura.....	pag. 9
Confronto ELISA HPLC.....	pag.10
Ranking	pag.11
HPLC.....	pag.12
ELISA.....	pag.16
ELISA ed HPLC.....	pag.20
ELISA confrontato con il valore assegnato HPLC....	pag.24



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 dal 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)



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEL RING TEST

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 consulerà contemporaneamente il testo e la tabella.

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 (m lab).
4. Nel riquadro che è stampato in tutte le pagine, sono riportate: la media aritmetica (Media), il valore minimo (Min), quello massimo (Max), lo scarto tipo (ST) e il valore assegnato (Val Ass). Quest'ultimo è rappresentato dalla mediana ed è considerato il valore a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti. Nei calcoli eseguiti non sono considerati i campioni outlier.
5. I valori dei campioni outlier al test di Cochran e di Grubbs 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. Valore di Z Score = media dei risultati di analisi per laboratorio - VAL ASS/ ST , distinto in:
 - ✓ ZS CAMP = z score campione ottenuto utilizzando lo scarto tipo delle medie dei singoli campioni.
 - ✓ ZS LAB = z score laboratorio ottenuto utilizzando lo scarto tipo delle medie dei laboratori.



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

8. In questa parte dell'elaborato si riportano:
- ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato riportato nel riquadro (v. punto 4);
 - ✓ la media aritmetica delle singole differenze (m diff);
 - ✓ lo scarto tipo delle differenze (st diff);
 - ✓ la distanza euclidiana (D) o distanza dagli assi, calcolata come radice quadrata della somma dei quadrati di m diff e st diff.

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

9. In questa parte dell'elaborato si riportano:
- ✓ lo slope o pendenza della retta (SLOPE);
 - ✓ il bias o intercetta (BIAS);
 - ✓ la correlazione (CORR).

Per il calcolo si utilizzano i risultati dei singoli laboratori e il Valore Assegnato riportato nel riquadro (v. punto 4).

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	33,98	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	10,74	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	43,35	23,75	29,58	28,97	37,14	33,15	28,84	26,85	30,25	37,04	26,77	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	56,80
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

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

4

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	-1,823	-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	0,501	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	-0,54	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	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

VALUTAZIONE DEL RING TEST

Il laboratorio può valutare la propria performance considerando i valori di:

OUTLIER: individuando se i suoi dati siano o meno outliers.

ZS LAB: da riportare su una carta di controllo e per monitorare in quale categoria di ZS rientra il Laboratorio. (Pure Appl. Chem. Vol. 78, n°1 pp.145-196, 2006)

$ Z < 2$	Soddisfacente
$2 < Z < 3$	Dubbio
$ Z > 3$	Insoddisfacente

D: per valutare come il proprio laboratorio si è classificato rispetto all'andamento generale del ring test.



RING TEST AFLATOSSINA B1

NEL MAIS

Marzo 2016

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

A.I.A. AGRICOLA ITALIANA ALIMENTARE
A.S.S.A.M- Centro Agrochimico Regionale
AGRIZOOTEC
ASS.REGIONALE ALLEVATORI CREMA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI ORISTANO
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI POTENZA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO
CENTRO ANALISI E SERVIZI - BARCELLONA (ME)
EUROQUALITY
LABORATORIO STANDARD LATTE
MOLINO PEILA
NEOLAC
PA.L.MER SCARL
STUDIO F2 SRL
STUDIO SIMONAZZI
TECNOCASEARIA

Laboratori partecipanti	17
Sessioni di lavoro per HPLC	12
Sessioni di lavoro per ELISA	12
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	22 marzo
Data indicata per l'invio dei risultati	1 aprile
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	60%
Ultimi risultati ricevuti	12 aprile
Invio delle elaborazioni statistiche	14 aprile
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	24
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
BIOCONTROL SYSTEM	17%
HELICA	8%
R-BIOPHARM	25%
TECNA	50%

INCERTEZZA DI MISURA

Camp.	aflatossina B1 $\mu\text{g}/\text{kg}$							
	Val. ass. HPLC	Oss	IC	$\pm U$	Val. ass. ELISA	Oss	IC	$\pm U$
1	10,84	12	0,61	1,21	10,05	12	0,63	1,25
2	22,01	11	1,68	3,37	18,78	12	0,78	1,56
3	40,67	11	2,34	4,69	35,42	9	1,64	3,28

L'omogeneità è stata valutata considerando la varianza delle pesate dell'inoculo della soluzione contaminante

Legenda:

Val ass.: Indica il valore assegnato a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti.

Oss: Numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica

IC: Intervallo di confidenza è il rapporto dello scarto tipo di riproducibilità e la radice quadrata del numero delle osservazioni considerate.

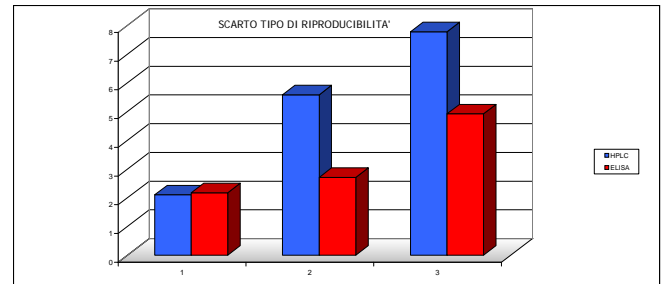
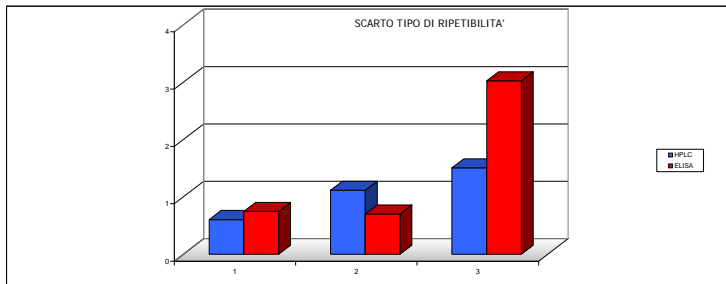
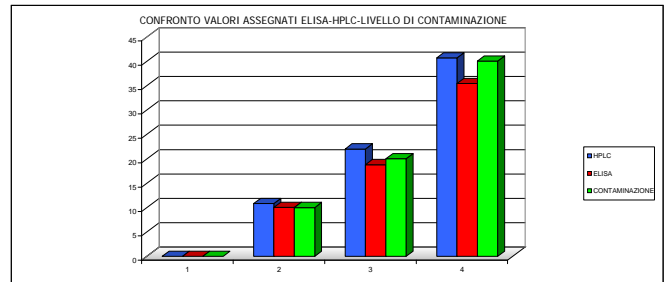
$\pm U$: Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore dell'intervallo di confidenza $p = 95\%$ $k = 2$.



RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' MARZO 2016

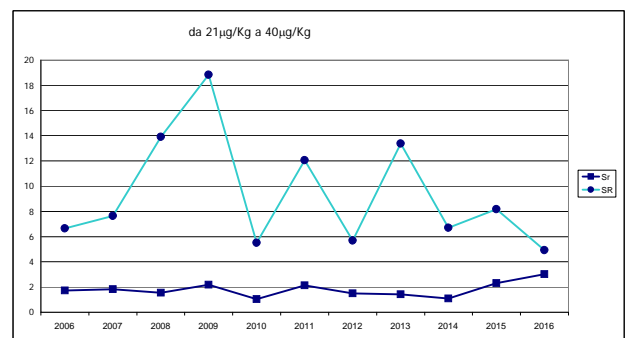
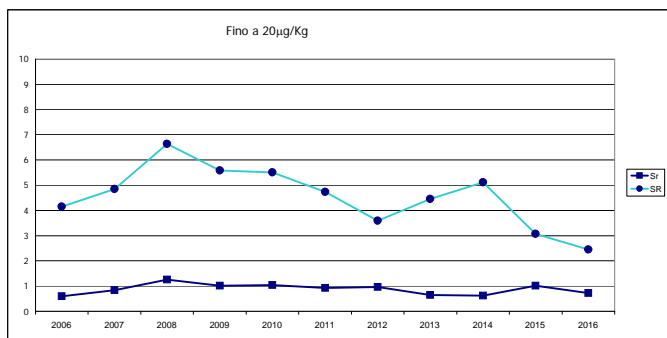
Campione	HPLC			ELISA			LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
	val. ass.	S _r	S _R	val. ass.	S _r	S _R	
1	--	--	--	--	--	--	--
2	10,84	0,61	2,10	10,05	0,75	2,17	10
3	22,01	1,12	5,58	18,78	0,70	2,71	20
4	40,67	1,51	7,78	35,42	3,03	4,92	40



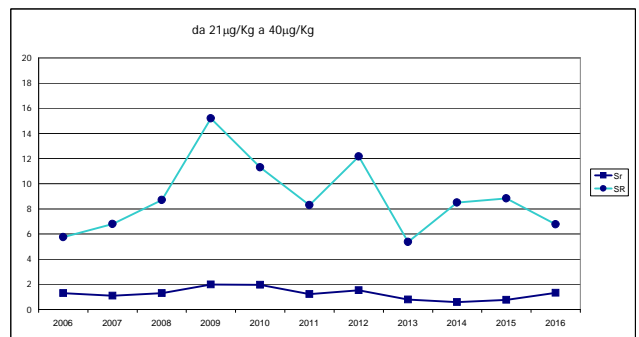
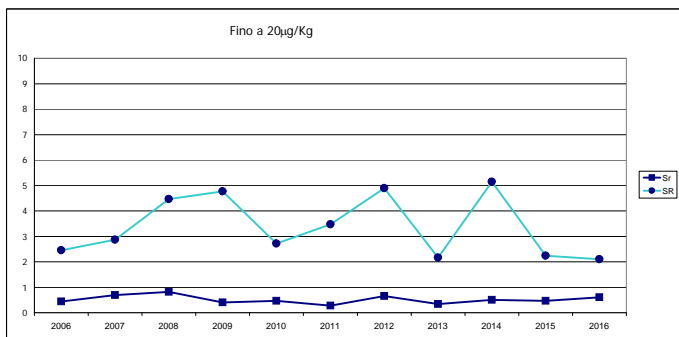
LEGENDA
r ripetibilità
R riproducibilità
S_r scarto tipo della ripetibilità
S_R scarto tipo della riproducibilità

ANDAMENTO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2016

ELISA



HPLC



ORDINAMENTO DEI LABORATORI

HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	20	1,38	8%
2	15	1,95	17%
3	5	2,00	25%
4	8	2,54	33%
5	10	3,42	42%
6	1	4,58	50%
7	6	6,45	58%
8	4	7,34	67%
9	3	7,61	75%
10	14	7,76	83%
11	16	8,68	92%
12	17	25,05	100%

ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	6	1,29	8%
2	22	1,44	17%
3	14	1,54	25%
4	23	2,36	33%
5	21	2,38	42%
6	11	3,23	50%
7	12	3,27	58%
8	13	3,36	67%
9	18	3,61	75%
10	19	4,77	83%
11	9	5,08	92%
12	7	5,43	100%

HPLC ED ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	23	0,70	4%
2	20	1,09	8%
3	8	1,45	13%
4	15	1,48	17%
5	9	2,39	21%
6	12	2,41	25%
7	10	2,63	29%
8	18	2,64	33%
9	13	2,69	38%
10	7	2,72	42%
11	5	3,24	46%
12	22	3,29	50%
13	6	3,63	54%
14	19	3,77	58%
15	14	4,18	63%
16	21	5,00	67%
17	11	5,14	71%
18	6	5,16	75%
19	1	5,79	79%
20	4	6,07	83%
21	16	7,76	88%
22	3	8,73	92%
23	14	8,94	96%
24	17	25,93	100%

ELISA CONFRONTATO CON VAL. ASS. HPLC			
ORD	LAB	D	%
1	18	1,24	8%
2	12	1,44	17%
3	9	1,98	25%
4	7	2,10	33%
5	23	2,12	42%
6	19	2,23	50%
7	13	3,87	58%
8	22	4,62	67%
9	6	4,83	75%
10	14	5,33	83%
11	21	6,03	92%
12	11	6,07	100%

LEGENDA:

ORD = ordinamento;
D = distanza euclidea dall'origine degli assi.

■ valori ELISA
■ valori HPLC

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

dove: **m diff** = m lab - valore assegnato;
st = scarto tipo delle differenze

I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore assegnato

Unità di misura: µg/kg

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1
2	12,00	12,19	8,24	13,53	8,40	10,36	9,70	13,59	8,81	13,10	10,64	7,70
3	29,00	26,46	15,32	24,42	15,50	16,88	n.d.	27,37	17,18	30,00	20,05	17,70
4	40,10	51,75	31,98	42,49	32,84	38,23	36,32	51,59	39,50	78,10	41,47	25,90
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1
2	12,10	12,35	7,99	12,98	8,20	11,31	10,40	14,24	11,20	13,20	10,94	8,60
3	28,70	26,75	14,26	23,54	15,30	19,46	n.d.	27,64	21,50	29,90	20,01	17,70
4	40,40	52,03	30,35	41,64	32,23	42,15	34,70	52,02	43,40	79,30	40,72	29,40

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N.1, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1	--	--	--	--	--	negativo 10 20 40
2	12,05	12,27	8,12	13,26	8,30	10,84	10,05	13,92	10,01	13,15	10,79	8,15	11,16	8,12	13,92	1,96	10,84	
3	28,85	26,61	14,79	23,98	15,40	18,17	22,01	27,51	19,34	29,95	20,03	17,70	22,42	14,79	29,95	5,62	22,01	
4	40,25	51,89	31,17	42,06	32,54	40,19	35,51	51,81	41,45	78,70	41,10	27,65	44,24	31,17	78,70	6,96	40,67	
m lab	27,05	30,26	18,02	26,43	18,75	23,07	22,52	31,08	23,60	40,60	23,97	17,83	25,94	18,02	40,60	5,29	25,20	-
% recupero																		

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16
ZS CAMP 2	0,621	0,734	-1,391	1,238	-1,297	0,000	-0,402	1,575	-0,425	1,184	-0,023	-1,373
ZS CAMP 3	1,217	0,818	-1,283	0,351	-1,175	-0,682	0,000	0,978	-0,474	1,413	-0,351	-0,766
ZS CAMP 4	-0,061	1,612	-1,366	0,200	-1,169	-0,069	-0,742	1,599	0,112	5,464	0,061	-1,871
ZS LAB	0,349	0,955	-1,358	0,233	-1,221	-0,404	-0,507	1,111	-0,303	2,912	-0,233	-1,394

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16
2	1,22	1,44	-2,72	2,42	-2,54	0,00	-0,79	3,08	-0,83	2,32	-0,05	-2,69
3	6,84	4,60	-7,22	1,97	-6,61	-3,84	0,00	5,50	-2,67	7,94	-1,97	-4,31
4	-0,42	11,22	-9,51	1,39	-8,14	-0,48	-5,16	11,13	0,78	38,03	0,42	-13,02
m diff	2,55	5,75	-6,48	1,93	-5,76	-1,44	-1,98	6,57	-0,91	16,10	-0,53	-6,67
st diff	3,81	4,99	3,45	0,52	2,90	2,09	2,78	4,13	1,72	19,20	1,27	5,56
D	4,58	7,61	7,34	2,00	6,45	2,54	3,42	7,76	1,95	25,05	1,38	8,68
SLOPE	0,91	1,33	0,78	0,97	0,82	1,00	0,84	1,27	1,07	2,24	1,03	0,64
BIAS	4,73	-2,35	-1,17	2,77	-1,42	-1,54	1,94	-0,12	-2,55	-14,28	-1,20	2,12
CORREL.	0,97	1,00	1,00	1,00	1,00	0,99	0,99	1,00	1,00	0,99	1,00	0,99

* CONTAMINAZIONE: LIVELLO ATTESO DI CONTAMINAZIONE



RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

HPLC

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab Out
1*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	
2	12	10,91	1,72	5,95	0,61	2,10	5,58	19,26	18,44		
3	11	22,03	3,17	15,79	1,12	5,58	5,08	25,33	24,82		
4	11	39,60	4,27	22,00	1,51	7,78	3,81	19,63	19,26		!

* CAMPIONE NEGATIVO

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
2	4	17	78,1	79,3	Outlier per Test di Grubbs

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2016

HPLC	S_r	S_R	r	R
fino a 20 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	0,54	3,58	1,52	10,13
da 21 a 40 $\mu\text{g}/\text{Kg}$	1,33	9,32	3,77	26,37

LEGENDA

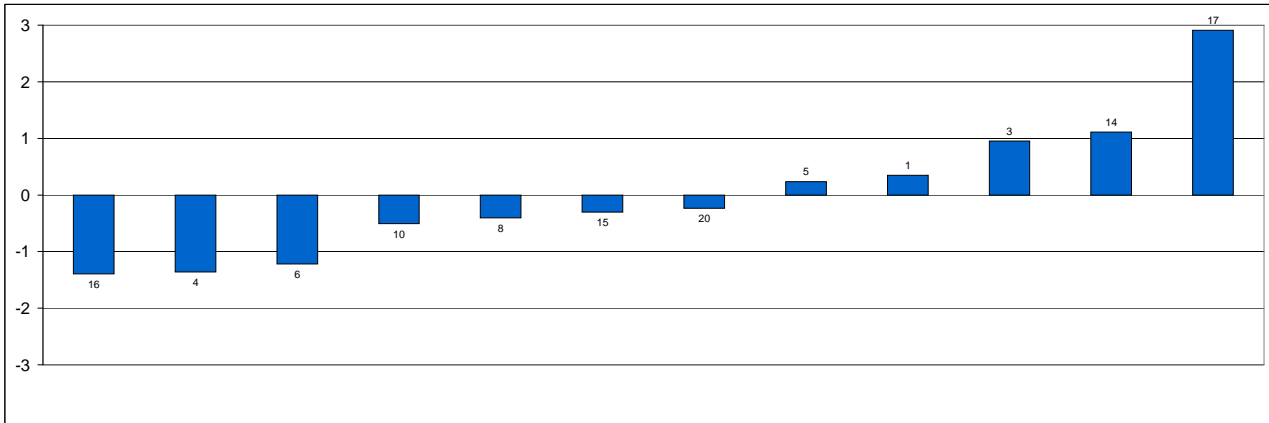
r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
Lab Out	laboratori outliers



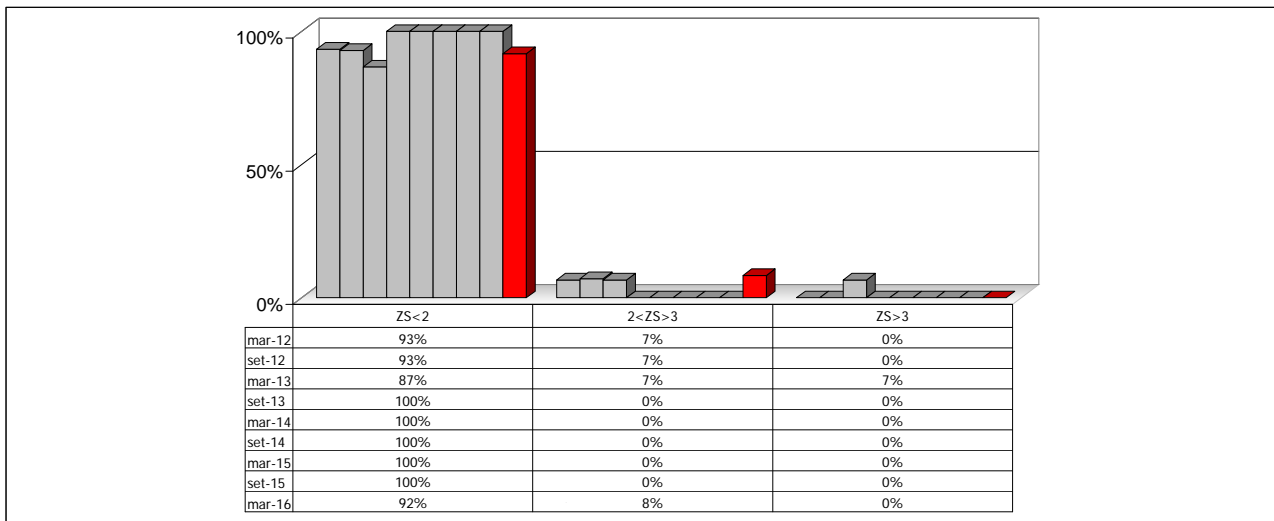
RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



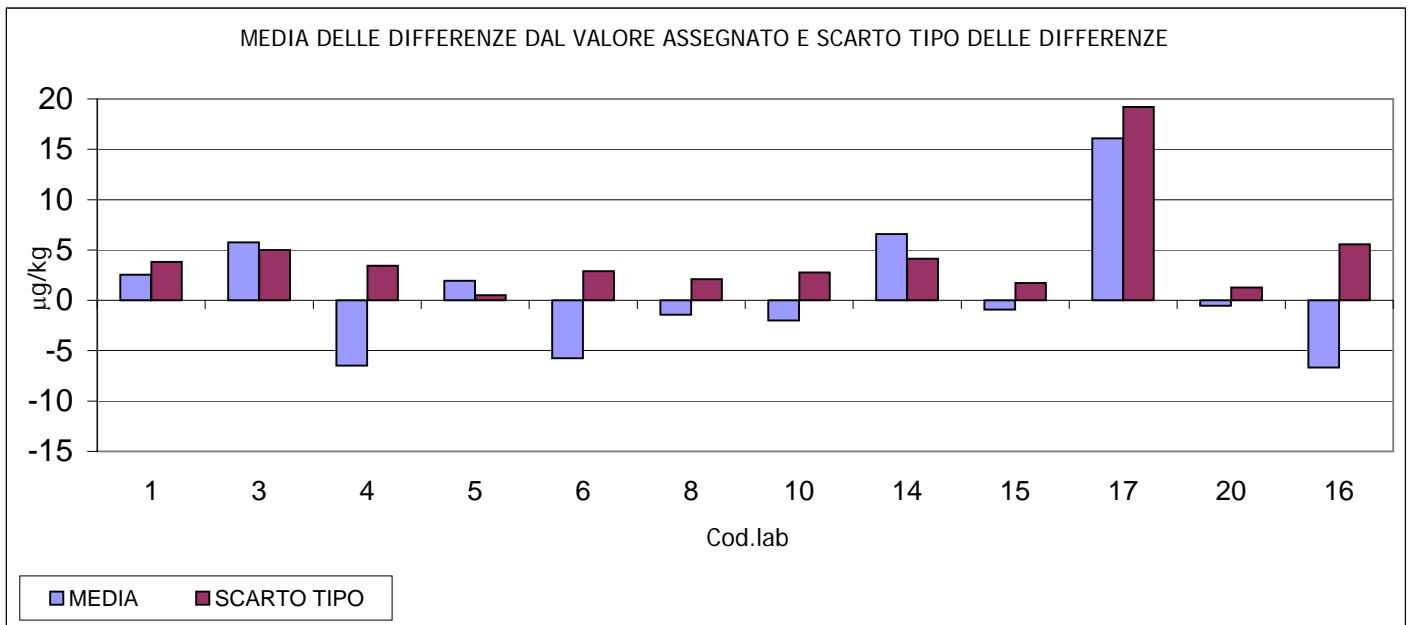
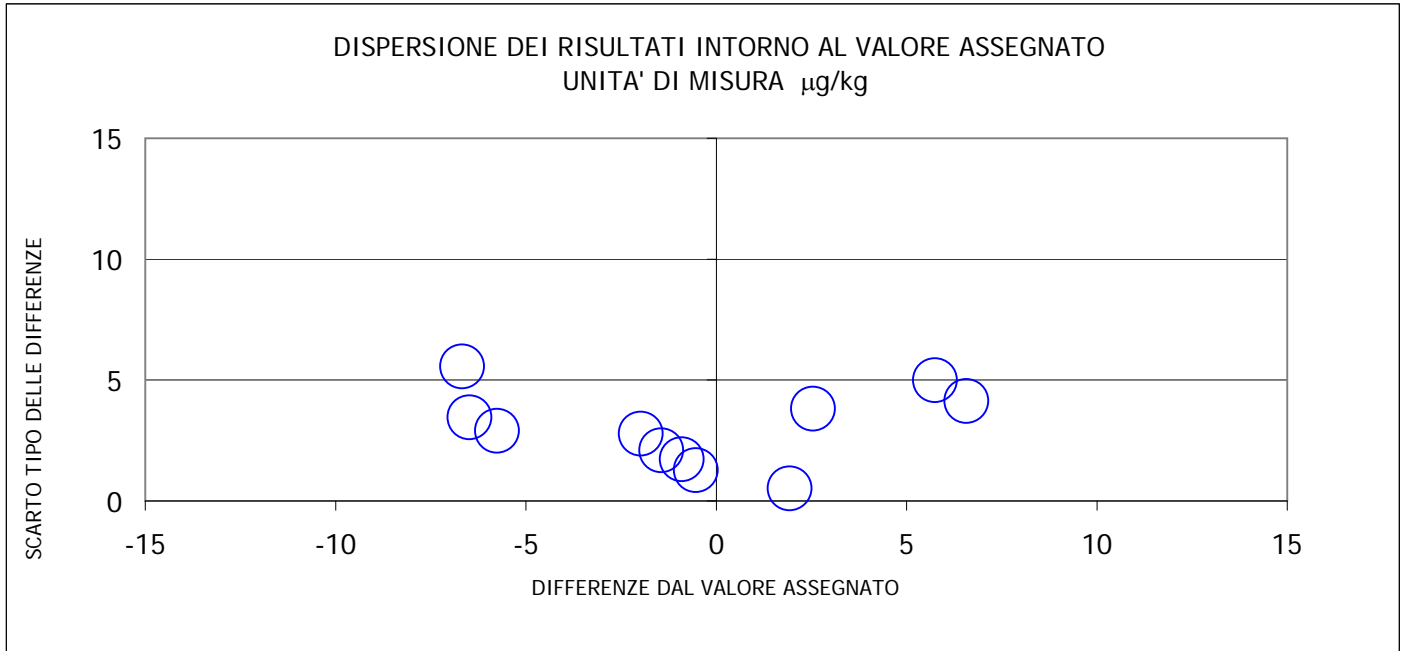
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

HPLC





ELISA

Unità di misura: µg/kg (ppb)

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
1	<0,5	0,30	<1	0,70	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	9,30	10,38	11,41	5,50	12,70	7,10	8,33	12,30	12,30	8,18	9,10	9,44
3	17,65	20,94	20,48	18,10	21,80	16,46	17,55	22,20	25,30	17,70	17,29	19,15
4	30,80	43,02	45,70	33,50	> 40,0	38,22	33,83	> 40,0	> 40,0	32,14	39,95	38,57
1	<0,5	0,33	<1	0,00	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	7,87	10,45	10,25	6,00	12,50	7,28	10,09	12,00	12,70	9,02	11,33	10,33
3	17,51	21,47	20,78	18,90	23,30	17,44	17,47	24,10	23,90	18,34	16,02	18,99
4	37,72	44,08	40,56	31,50	> 40,0	39,30	32,80	> 40,0	> 40,0	31,68	30,88	39,35

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N. 1, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS	CONTAMINAZIONE*
1	<0,5	0,32	<1	0,35	<1	<2	<1	<1	<1	<2	<0,5	<1	0,33	0,32	0,35	0,02	0,33	negativo 10 20 40
2	8,59	10,42	10,83	5,75	12,60	7,19	9,21	12,15	12,50	8,60	10,21	9,89	9,91	5,75	12,60	2,10	10,05	
3	17,58	21,21	20,63	18,50	22,55	16,95	17,51	23,15	24,60	18,02	16,66	19,07	20,30	16,95	24,60	2,66	18,78	
4	34,26	43,55	43,13	32,50	>40	38,76	33,32	>40	>40	31,91	35,42	38,96	37,59	32,50	43,55	4,43	35,42	
m lab	20,14	25,06	24,86	18,92	17,58	20,97	20,01	17,65	18,55	19,51	20,76	22,64	20,41	17,58	25,06	3,22	20,08	-

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
ZS CAMP 2	-0,695	0,174	0,371	-2,042	1,212	-1,358	-0,398	0,998	1,165	-0,688	0,078	-0,078
ZS CAMP 3	-0,453	0,909	0,693	-0,107	1,414	-0,689	-0,479	1,640	2,185	-0,287	-0,800	0,107
ZS CAMP 4	-0,261	1,836	1,742	-0,658	--	0,755	-0,474	--	--	-0,791	0,000	0,800
ZS LAB	0,020	1,546	1,486	-0,360	-0,776	0,276	-0,020	-0,753	-0,474	-0,176	0,212	0,795

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
2	-1,46	0,37	0,78	-4,30	2,55	-2,86	-0,84	2,10	2,45	-1,45	0,16	-0,16
3	-1,20	2,42	1,85	-0,28	3,77	-1,83	-1,27	4,37	5,82	-0,76	-2,13	0,28
4	-1,16	8,14	7,72	-2,92	--	3,35	-2,10	--	--	-3,51	0,00	3,54
m diff	-1,27	3,64	3,45	-2,50	3,16	-0,45	-1,40	3,23	4,13	-1,91	-0,66	1,22
st diff	0,17	4,03	3,73	2,04	0,86	3,33	0,64	1,60	2,38	1,43	1,28	2,02
D	1,29	5,43	5,08	3,23	3,27	3,36	1,54	3,61	4,77	2,38	1,44	2,36
SLOPE	1,011	1,311	1,284	1,027	--	1,253	0,950	--	--	0,908	1,011	1,153
BIAS	-1,509	-3,024	-2,631	-3,067	1,155	-5,876	-0,340	-0,503	-1,418	0,066	-0,897	-2,048
CORREL.	1,000	1,000	0,999	0,989	1,000	0,999	1,000	1,000	1,000	0,998	0,995	0,999

*CONTAMINAZIONE: LIVELLO IDEALE DI CONTAMINAZIONE



RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: µg/kg

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab Out
1*	2	0,33	--	--	--	--	--	--	--	--
2	12	9,83	2,12	6,14	0,75	2,17	7,64	22,09	20,73	
3	12	19,70	1,99	7,66	0,70	2,71	3,57	13,75	13,27	
4	9	36,87	8,56	13,92	3,03	4,92	8,21	13,34	10,52	

* CAMPIONE NEGATIVO

NON CI SONO LABORATORI OUTLIERS

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2016

ELISA	S_r	S_R	r	R
fino a 20 µg/Kg	0,90	4,70	2,54	13,30
da 21 a 40 µg/Kg	1,88	10,33	5,32	29,23

LEGENDA

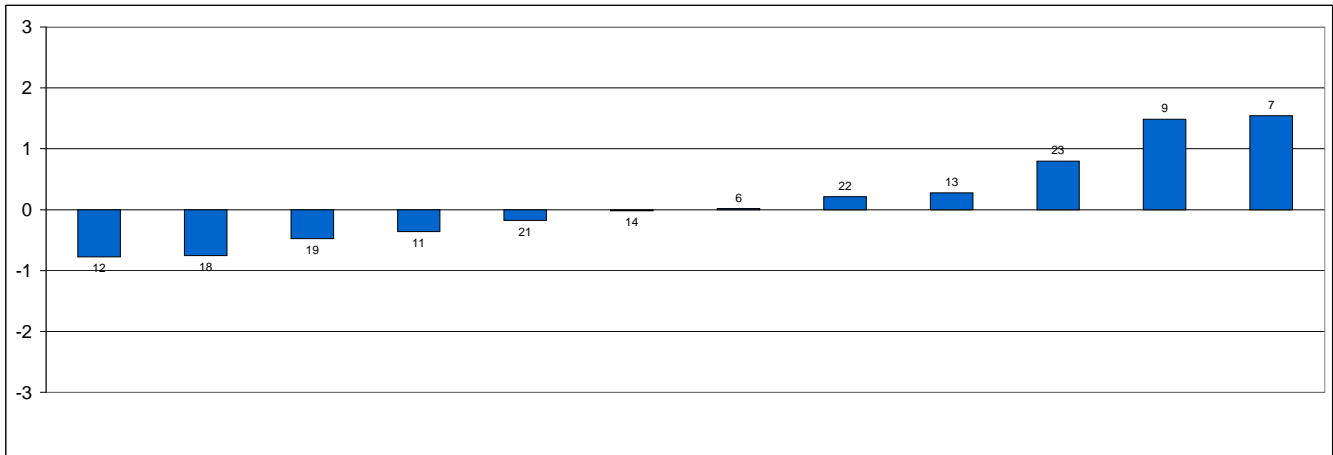
r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
Lab Out	outlier



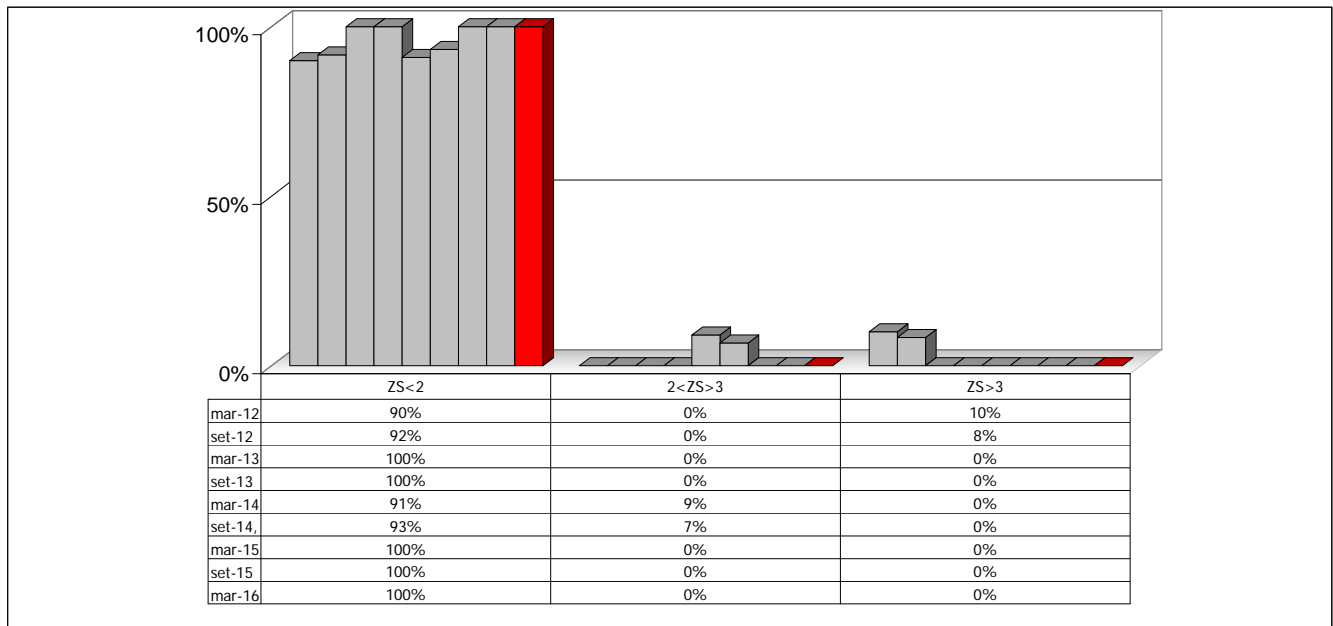
RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



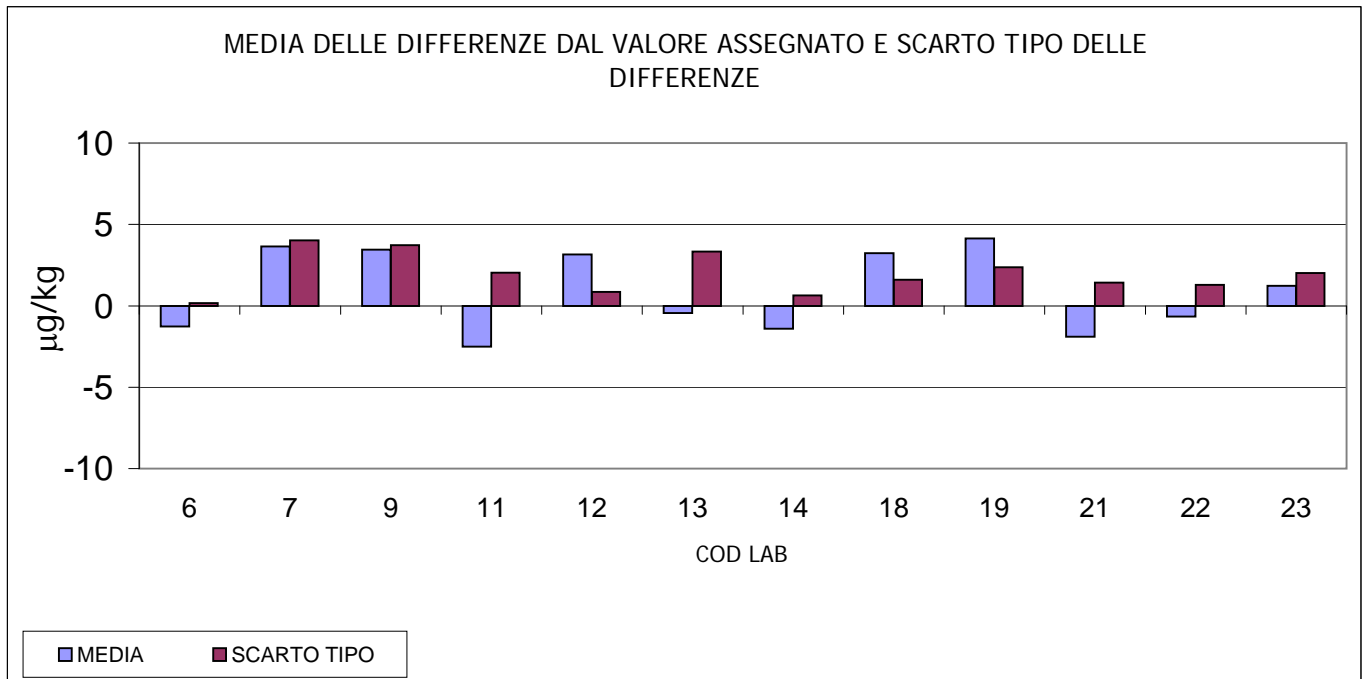
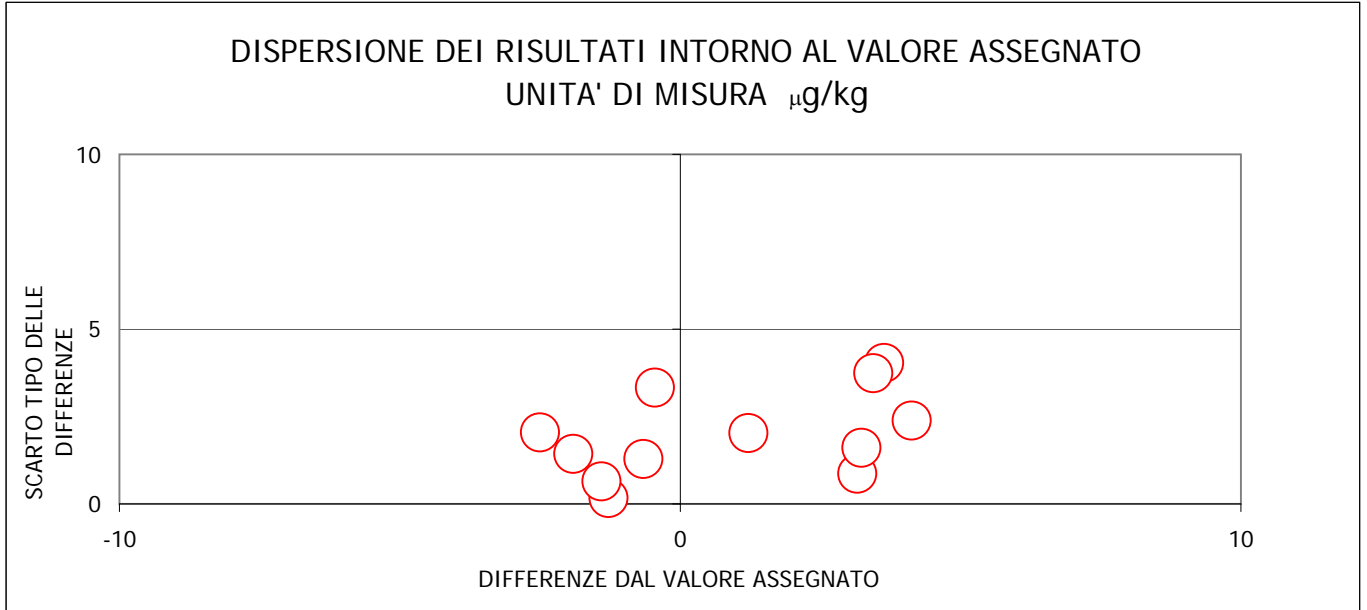
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA





RING TEST
AFATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA



ELISA ED HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1	<0,5	0,30	<1	0,70	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	12,00	12,19	8,24	13,53	8,40	10,36	9,70	13,59	8,81	13,10	10,64	7,70	9,30	10,38	11,41	5,50	12,70	7,10	8,33	12,30	12,30	8,18	9,10	9,44
3	29,00	26,46	15,32	24,42	15,50	16,88	n.d.	27,37	17,18	30,00	20,05	17,70	17,65	20,94	20,48	18,10	21,80	16,46	17,55	22,20	25,30	17,70	17,29	19,15
4	40,10	51,75	31,98	42,49	32,84	38,23	36,32	51,59	39,50	78,10	41,47	25,90	30,80	43,02	45,70	33,50	> 40,0	38,22	33,83	> 40,0	> 40,0	32,14	39,95	38,57
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1	<0,5	0,33	<1	0,00	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	12,10	12,35	7,99	12,98	8,20	11,31	10,40	14,24	11,20	13,20	10,94	8,60	7,87	10,45	10,25	6,00	12,50	7,28	10,09	12,00	12,70	9,02	11,33	10,33
3	28,70	26,75	14,26	23,54	15,30	19,46	n.d.	27,64	21,50	29,90	20,01	17,70	17,51	21,47	20,78	18,90	23,30	17,44	17,47	24,10	23,90	18,34	16,02	18,99
4	40,40	52,03	30,35	41,64	32,23	42,15	34,70	52,02	43,40	79,30	40,72	29,40	37,72	44,08	40,56	31,50	> 40,0	39,30	32,80	> 40,0	> 40,0	31,68	30,88	39,35

L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N.1, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
1	<1	<L.Q.	<0,16	<0,5	<1	<1,5	<0,5	<0,1	<0,8	<LOQ	<0,5	< 0,1	<0,5	0,32	<1	0,35	<1	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1	10,37	5,75	13,92	2,11	10,31
2	12,05	12,27	8,12	13,26	8,30	10,84	10,05	13,92	10,01	13,15	10,79	8,15	8,59	10,42	10,83	5,75	12,60	7,19	9,21	12,15	12,50	8,60	10,21	9,89	20,78	14,79	29,95	4,42	20,03
3	28,85	26,61	14,79	23,98	15,40	18,17	20,03	27,51	19,34	29,95	20,03	17,70	17,58	21,21	20,63	18,50	22,55	16,95	17,51	23,15	24,60	18,02	16,66	19,07	40,29	27,65	78,70	6,76	39,48
4	40,25	51,89	31,17	42,06	32,54	40,19	35,51	51,81	41,45	78,70	41,10	27,65	34,26	43,55	43,13	32,50	>40	38,76	33,32	>40	>40	31,91	35,42	38,96	22,99	17,58	40,60	4,82	21,86
m lab	27,05	30,26	18,02	26,43	18,75	23,07	21,86	31,08	23,60	40,60	23,97	17,83	20,14	25,06	24,86	18,92	17,58	20,97	20,01	17,65	18,55	19,51	20,76	22,64					

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
ZS CAMP 2	0,823	0,928	-1,043	1,395	-0,955	0,247	-0,125	1,708	-0,146	1,345	0,226	-1,026	-0,820	0,048	0,245	-2,164	1,084	-1,482	-0,523	0,871	1,037	-0,813	-0,048	-0,203
ZS CAMP 3	1,996	1,488	-1,187	0,894	-1,049	-0,422	0,000	1,692	-0,157	2,245	0,000	-0,528	-0,555	0,266	0,135	-0,347	0,570	-0,698	-0,571	0,706	1,034	-0,456	-0,765	-0,218
ZS CAMP 4	0,115	1,836	-1,229	0,383	-1,026	0,106	-0,586	1,823	0,292	5,799	0,240	-1,748	-0,771	0,602	0,540	-1,031	--	-0,106	-0,911	--	--	-1,118	-0,600	-0,077
ZS LAB	1,076	1,741	-0,797	0,948	-0,647	0,249	0,000	1,911	0,360	3,887	0,437	-0,836	-0,357	0,662	0,622	-0,611	-0,890	-0,186	-0,384	-0,874	-0,688	-0,488	-0,229	0,160

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	1	3	4	5	6	8	10	14	15	17	20	16	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
2	1,74	1,96	-2,20	2,94	-2,01	0,52	-0,26	3,60	-0,31	2,84	0,48	-2,16	-1,73	0,10	0,52	-4,56	2,29	-3,12	-1,10	1,84	2,19	-1,71	-0,10	-0,43
3	8,82	6,57	-5,24	3,95	-4,63	-1,86	0,00	7,47	-0,69	9,92	0,00	-2,33	-2,45	1,17	0,60	-1,53	2,52	-3,08	-2,52	3,12	4,57	-2,01	-3,38	-0,96
4	0,78	12,42	-8,31	2,59	-6,94	0,72	-3,96	12,33	1,98	39,23	1,62	-11,83	-5,22	4,08	3,66	-6,97	--	-0,71	-6,16	--	--	-7,56	-4,06	-0,52
m diff	3,78	6,98	-5,25	3,16	-4,53	-0,21	-1,41	7,80	0,32	17,33	0,70	-5,44	-3,13	1,78	1,59	-4,36	2,40	-2,31	-3,26	2,48	3,38	-3,76	-2,51	-0,64
st diff	4,39	5,24	3,06	0,71	2,46	1,44	2,22	4,37	1,44	19,29	0,83	5,53	1,84	2,06	1,79	2,73	0,16	1,38	2,61	0,91	1,68	3,30	2,12	0,29
D	5,79	8,73	6,07	3,24	5,16	1,45	2,63	8,94	1,48	25,93	1,09	7,76	3,63	2,72	2,39	5,14	2,41	2,69	4,18	2,64	3,77	5,00	3,29	0,70
SLOPE	0,913	1,350	0,798	0,980	0,838	1,025	0,862	1,292	1,087	--	1,046	0,646	0,877	1,138	1,115	0,889	--	1,088	0,825	--	--	0,787	0,879	1,001
BIAS	5,810	-1,172	-0,545	3,633	-0,764	-0,782	1,801	1,000	-1,694	-12,579	-0,361	2,792	-0,275	-1,432	-1,080	-1,776	2,041	-4,360	0,819	0,476	-0,341	1,189	0,312	-0,651
CORREL	0,955	0,999	0,999	0,999	0,999	0,996	0,998	1,000	0,999	0,996	1,000	0,984	1,000	1,000	0,999	0,987	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	0,997	0,996	1,000



RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA e HPLC

RIPETIBILITA', RIPRODUCIBILITA', OUTLIERS Unità di misura: $\mu\text{g}/\text{kg}$ (ppb)

Campione	Lab.	Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab out
1*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	
2	24	10,37	1,93	6,12	0,68	2,16	6,59	20,87	19,80		
3	22	20,88	1,94	12,61	0,69	4,46	3,29	21,34	21,08		!
4	20	38,37	6,56	18,80	2,32	6,64	6,04	17,31	16,22		!

* CAMPIONE NEGATIVO

LABORATORI OUTLIERS

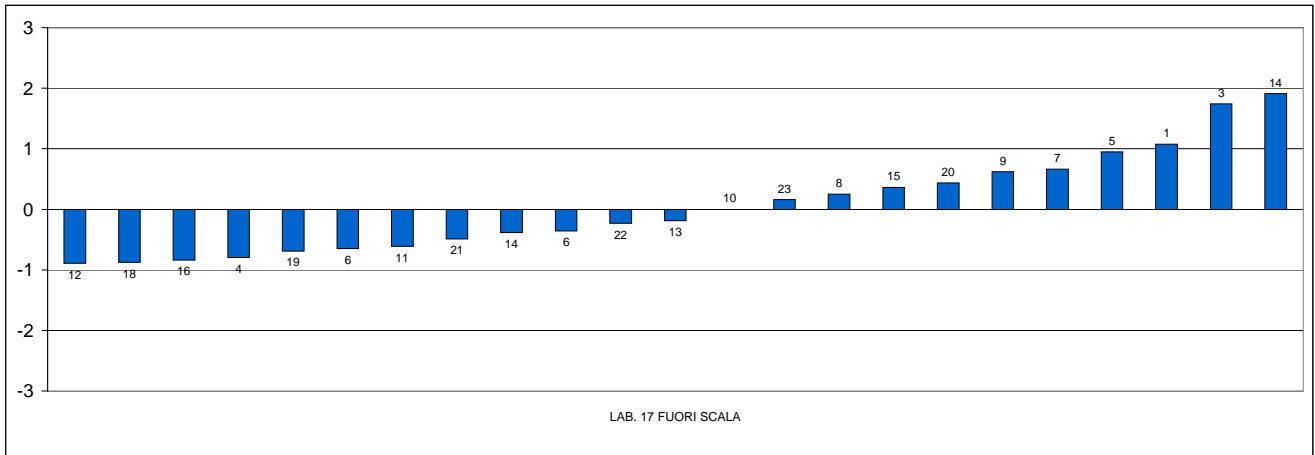
OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	15	17,18	21,5	Outlier per Test di Cochran
2	4	17	78,1	79,3	Outlier per Test di Grubbs

LEGENDA

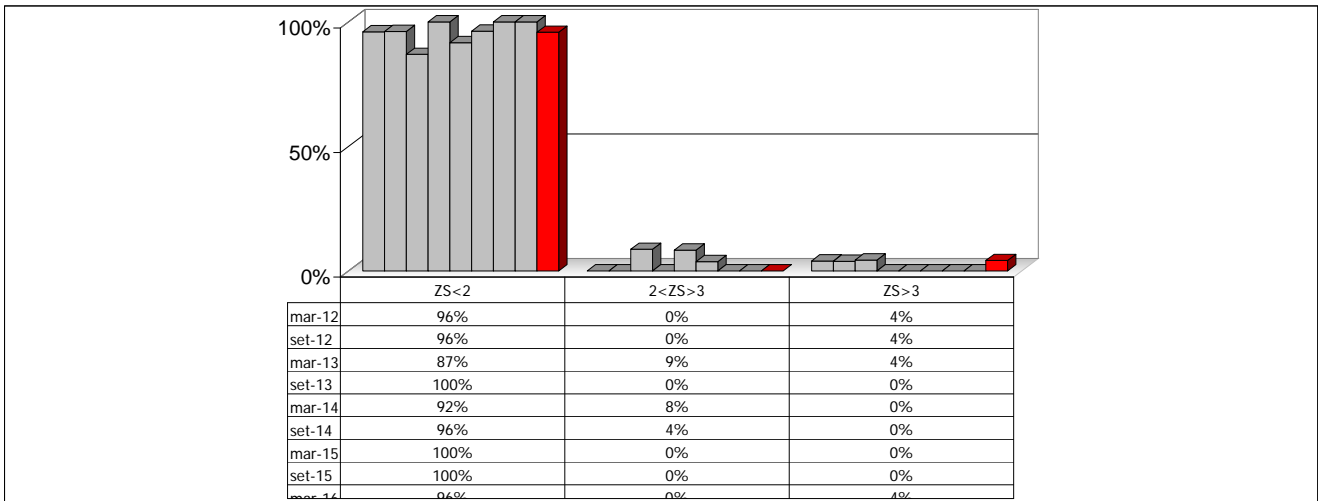
r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
OUT	laboratori outlier

ELISA ED HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



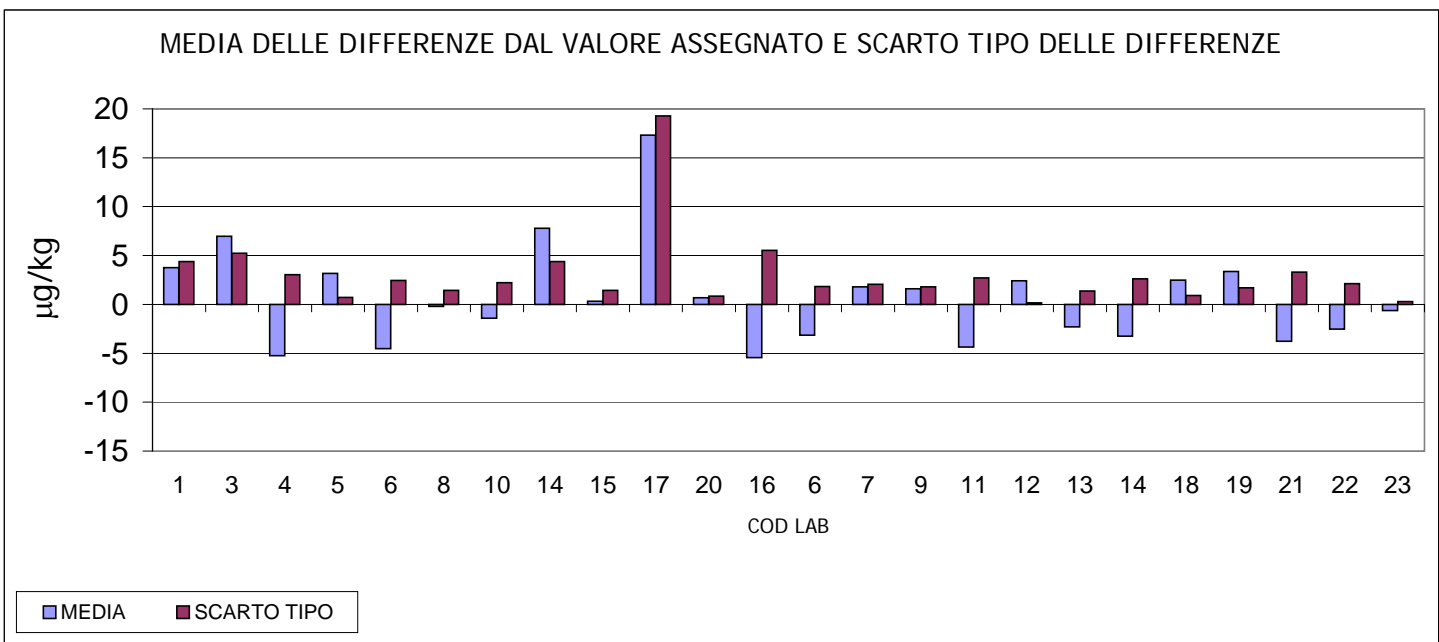
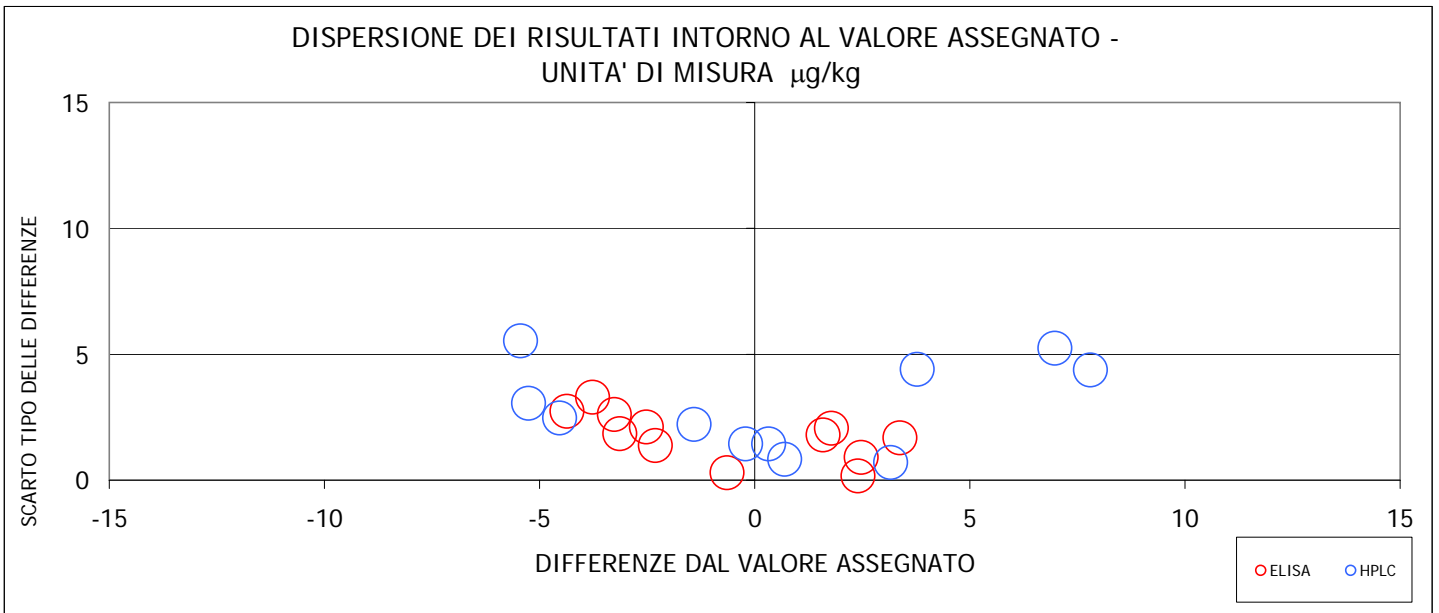
FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC





RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA ED HPLC





ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC

Unità di misura: µg/kg

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
1	<0,5	0,30	<1	0,70	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	9,30	10,38	11,41	5,50	12,70	7,10	8,33	12,30	12,30	8,18	9,10	9,44
3	17,65	20,94	20,48	18,10	21,80	16,46	17,55	22,20	25,30	17,70	17,29	19,15
4	30,80	43,02	45,70	33,50	> 40,0	38,22	33,83	> 40,0	> 40,0	32,14	39,95	38,57
1	<0,5	0,33	<1	0,00	< 1,0	<2	<1	< 1,0	< 1,0	<2	<0,5	<1
2	7,87	10,45	10,25	6,00	12,50	7,28	10,09	12,00	12,70	9,02	11,33	10,33
3	17,51	21,47	20,78	18,90	23,30	17,44	17,47	24,10	23,90	18,34	16,02	18,99
4	37,72	44,08	40,56	31,50	> 40,0	39,30	32,80	> 40,0	> 40,0	31,68	30,88	39,35

*L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N.1, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23	MEDIA	MIN	MAX	ST HPLC	VAL. ASS HPLC
1	<0,5	0,32	<1	0,35	<1	<2	<1	<1	<1	<2	<0,5	<1	0,33	0,32	0,35	--	--
2	8,59	10,42	10,83	5,75	12,60	7,19	9,21	12,15	12,50	8,6	10,21	9,89	9,91	5,75	12,60	1,96	10,84
3	17,58	21,21	20,63	18,50	22,55	16,95	17,51	23,15	24,60	18,02	16,66	19,07	20,30	16,95	24,60	5,62	22,01
4	34,26	43,55	43,13	32,50	>40	38,76	33,32	>40	>40	31,91	35,42	38,96	37,59	32,50	43,55	6,96	40,67
m lab	20,14	25,06	24,86	18,92	17,58	20,97	20,01	17,65	18,55	19,51	20,76	22,64	20,41	17,58	25,06	5,29	25,20

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

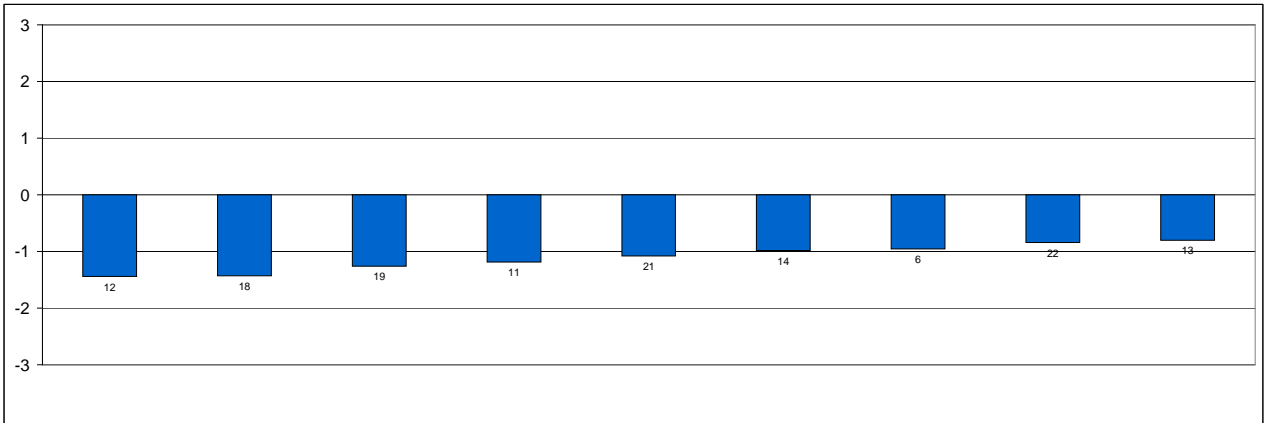
codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
ZS CAMP 2	-1,151	-0,215	-0,003	-2,601	0,903	-1,864	-0,831	0,673	0,852	-1,143	-0,318	-0,486
ZS CAMP 3	-0,787	-0,142	-0,245	-0,623	0,097	-0,899	-0,800	0,203	0,461	-0,709	-0,952	-0,522
ZS CAMP 4	-0,921	0,413	0,353	-1,174	--	-0,275	-1,057	--	--	-1,259	-0,755	-0,246
ZS LAB	-0,957	-0,028	-0,064	-1,189	-1,442	-0,801	-0,982	-1,428	-1,258	-1,076	-0,840	-0,485

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

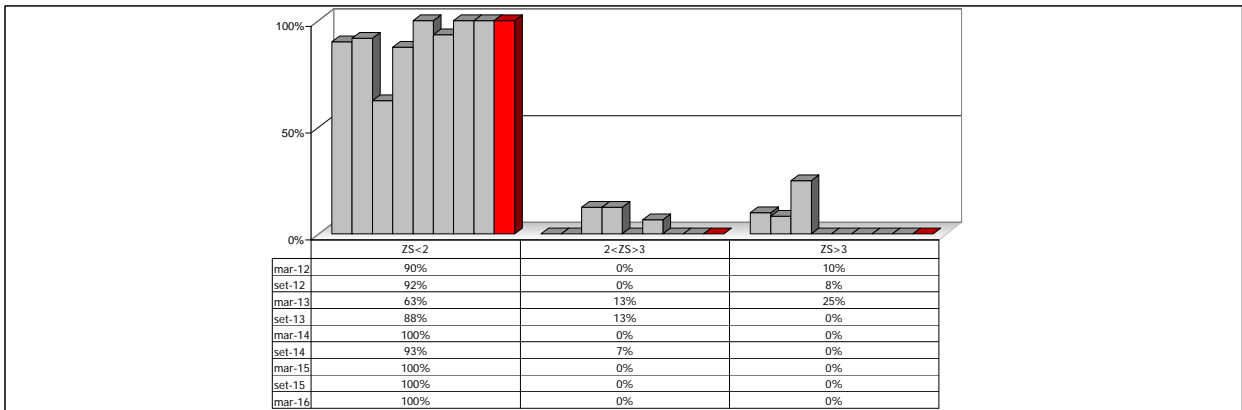
codice	6	7	9	11	12	13	14	18	19	21	22	23
2	-2,25	-0,42	-0,01	-5,09	1,77	-3,65	-1,63	1,32	1,67	-2,24	-0,62	-0,95
3	-4,43	-0,80	-1,38	-3,51	0,54	-5,06	-4,50	1,14	2,59	-3,99	-5,35	-2,94
4	-6,41	2,88	2,46	-8,17	--	-1,91	-7,36	--	--	-8,76	-5,26	-1,72
m diff	-4,36	0,55	0,36	-5,59	1,15	-3,54	-4,49	1,23	2,13	-4,99	-3,74	-1,87
st diff	2,08	2,02	1,94	2,37	0,86	1,57	2,87	0,12	0,66	3,38	2,70	1,00
D	4,83	2,10	1,98	6,07	1,44	3,87	5,33	1,24	2,23	6,03	4,62	2,12
SLOPE	0,864	1,119	1,095	0,881	--	1,069	0,812	--	--	0,777	0,861	0,984
BIAS	-1,027	-2,374	-1,972	-2,684	2,949	-5,238	0,117	1,481	0,764	0,460	-0,340	-1,468
CORREL.	1,000	0,999	0,997	0,993	1,000	0,997	0,999	1,000	1,000	0,999	0,991	0,998

ELISA CONFRONTATO CON VAL ASS HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



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





RING TEST
AFLATOSSINA B1
MARZO '16

ELISA CON VAL ASS HPLC

