



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

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

RING TEST AFLATOSSINA B1

lotto RTB1 250918

VIA DELL'INDUSTRIA SNC - 00054 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail isl@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
Ranking	pag.10
Confronto ELISA HPLC.....	pag.11
Ripetibilità e Riproducibilità.....	pag.12
Eaborazione generale.....	pag.13
Grafici.....	pag.14



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 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 consulterà 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 ed è 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 Mandel, 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.

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

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	25,00
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	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	15,80	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	39,76	33,98	33,70	41,20	52,08	30,450	55,00

2

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	10,44	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
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	34,80	28,93	43,35	23,75	29,58	28,97	37,14	33,15	28,64	26,85	30,25	37,04	26,77	44,00
4	32,80	63,85	27,15	44,00	32,69	52,48	39,37	39,01	36,96	41,75	40,36	34,47	32,65	37,15	51,96	31,38	56,80
m lab	25,63	35,84	21,05	27,25	24,89	32,31	21,90	23,56	22,97	27,09	25,26	22,21	20,83	23,15	31,36	20,35	34,50

3

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

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	0,501	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	-1,433	-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

7

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	-0,54	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
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

8



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.



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI

LABORATORIO STANDARD LATTE

RING TEST AFLATOSSINA B1 NEL MAIS

lotto RTB1 250918

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ASS.REGIONALE ALLEVATORI ORISTANO
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI POTENZA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO
LABORATORIO GAMMA
LABORATORIO STANDARD LATTE
LATTE ARBOREA
MOLINO PEILA
LATTE ARBOREA
NUTRISERVICE
STUDIO F2 SRL

Laboratori partecipanti	11
Sessioni di lavoro per HPLC	5
Sessioni di lavoro per ELISA	11
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	25 settembre
Data indicata per l'invio dei risultati	05 ottobre
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	88%
Ultimi risultati ricevuti	10 ottobre
Invio delle elaborazioni statistiche	26 ottobre
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	32
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
LATERAL FLOW	13%
R-BIOPHARM	25%
TECNA	63%



INCERTEZZA DI MISURA

Camp.	Val. ass.	Oss	IC	±U
1	9,3	14	0,7	1,4
2	13,7	14	0,9	1,8
3	23,8	16	1,5	3,1
4	<lim.rilevabilità	--	--	--

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

Legenda:

Val ass.: Indica il valore assegnato, derivato da entrambe le metodiche ELISA ed HPLC, 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.




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



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '18

ORDINAMENTO DEI LABORATORI

HPLC ED ELISA			
ORD	LAB	D	%
1	7	0,76	6%
2	4	0,88	13%
3	6	0,97	19%
4	14	1,75	25%
5	15	2,04	31%
6	10	2,10	38%
7	1	2,45	44%
8	11	2,62	50%
9	3	3,12	56%
10	16	3,22	63%
11	14	3,29	69%
12	13	3,36	75%
13	9	3,74	81%
14	8	4,82	88%
15	5	9,49	94%
16	12	11,97	100%

	HPLC
	ELISA
	LATERAL FLOW TEST

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

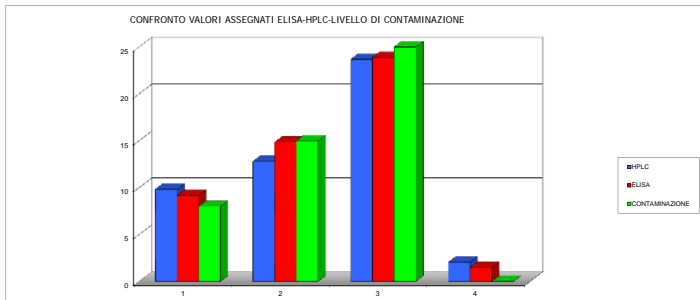
I valori all'interno del riquadro sono relativi a laboratori che hanno almeno un valore sostituito con il valore assegnato



RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '18

CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' SETTEMBRE 2018

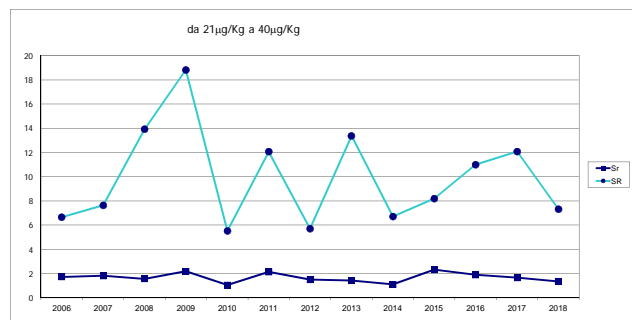
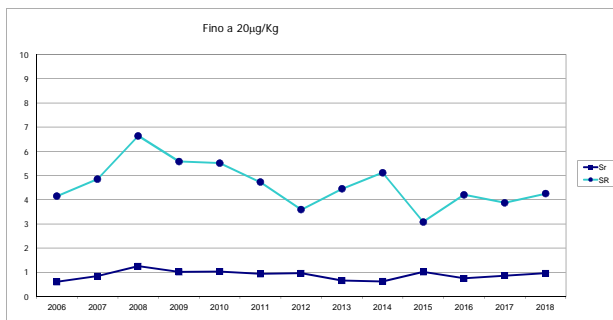
Campione	HPLC			ELISA			LIVELLO DI CONTAMINAZIONE
	val. ass.	S _r	S _R	val. ass.	S _r	S _R	
1	9,8	N.A.	N.A.	9,2	N.A.	N.A.	8
2	12,8	N.A.	N.A.	14,9	N.A.	N.A.	15
3	23,7	N.A.	N.A.	23,9	N.A.	N.A.	25
4	2,1	N.A.	N.A.	1,5	N.A.	N.A.	NEGATIVO



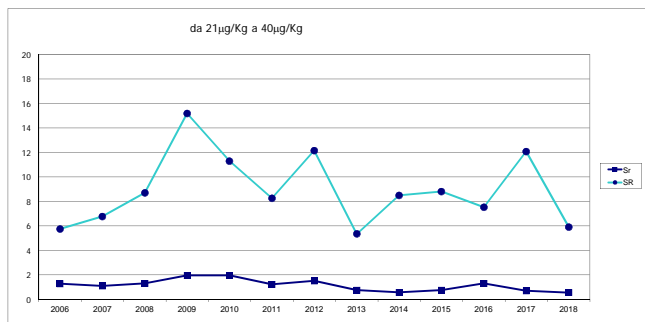
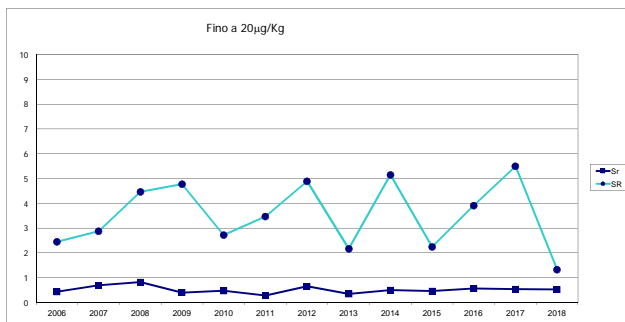
LEGENDA
r ripetibilità*
R riproducibilità
S_r scarto tipo della ripetibilità
S_R scarto tipo della riproducibilità

ANDAMENTO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2006-2018

ELISA



HPLC





RING TEST
AFATOSSINA B1
SETTEMBRE '18

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

TUTTI I METODI

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	14	9,44	2,08	7,38	0,74	2,61	7,81	27,63	26,50	
2	14	13,21	1,87	9,74	0,66	3,44	5,00	26,06	25,57	
3	16	24,43	3,65	17,34	1,29	6,13	5,28	25,08	24,52	
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

ELISA

I VALORI DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' PER LA METODICA ELISA SONO RIPORTATI A SOLO SCOPO INFORMATIVO. NON HANNO UNA VALIDITA' STATISTICA A CAUSA DEL NUMERO ESIGUO DI LABORATORI PARTECIPANTI.

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	9	9,42	2,45	8,45	0,87	2,99	9,18	31,68	30,33	
2	9	13,52	2,21	11,24	0,78	3,97	5,77	29,37	28,80	
3	11	25,15	4,23	19,98	1,49	7,06	5,94	28,07	27,43	
4*	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2018

ELISA	S_r	S_R	r	R
fino a 20 µg/Kg	0,90	4,70	2,55	13,31
da 21 a 40 µg/Kg	1,71	10,63	4,83	30,09

HPLC

NON E' STATO POSSIBILE CALCOLARE I VALORI DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' PER LA METODICA HPLC A CAUSA DEL NUMERO ESIGUO DI LABORATORI PARTECIPANTI.

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA s_r e s_R 2006-2018

HPLC	S_r	S_R	r	R
fino a 20 µg/Kg	0,53	3,76	1,51	10,64
da 21 a 40 µg/Kg	1,25	9,39	3,55	26,58

***CAMPIONE 4 NEGATIVO**

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	outlier



GENERALE (ELISA E HPLC)

Unità di misura: µg/kg

codice	1	6	7	8	14	3	4	5	9	10	11	12	13	14	15	16
1	12,55	9,58	9,95	6,91	8,00	10,00	9,34	15,67	<2	7,10	10,02	5,29	<2	8,62	11,68	7,51
2	16,11	13,13	13,90	9,10	11,59	11,00	14,26	19,26	<2	11,80	15,83	5,40	<2	13,08	14,51	15,20
3	26,49	24,11	23,10	17,90	22,20	25,00	23,02	37,95	18,05	24,50	20,02	38,26	19,01	19,84	21,98	29,53
4*	2,27	<1,5	1,45	<0,5	2,27	0,00	<1	3,11	<2	0,00	1,55	<2	<2	1,37	1,51	<1
1	11,68	10,06	10,80	6,94	8,08	13,00	8,98	14,98	<2	7,50	8,81	5,30	<2	8,46	10,24	7,13
2	15,30	12,48	14,30	9,18	11,46	13,00	15,67	20,34	<2	11,00	14,24	5,09	<2	13,37	15,19	15,20
3	25,85	25,38	24,25	17,07	21,97	30,00	24,76	36,34	18,30	25,00	20,54	37,61	18,47	17,70	21,48	26,02
4*	1,84	<1,5	1,60	<0,5	2,38	0,00	<1	3,20	<2	0,70	1,48	<2	<2	1,52	1,63	<1

%RECUPERO H 87% 80% 98% 97% 100%

*L'ELABORAZIONE DEL CAMPIONE N.4, CAMPIONE NEGATIVO, E' RIPORTATA A SOLO SCOPO INFORMATIVO

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

codice	1	6	7	8	14	3	4	5	9	10	11	12	13	14	15	16	GENERALE				LIVELLO DI CONTAMINAZIONE	
																	MEDIA	MIN	MAX	ST		VAL. ASS
1	12,12	9,82	10,38	6,93	8,04	11,50	9,16	15,33	<2	7,30	9,42	5,30	<2	8,54	10,96	7,32	9,44	5,30	15,33	2,55	9,29	8
2	15,71	12,81	14,10	9,14	11,53	12,00	14,97	19,80	<2	11,40	15,04	5,25	<2	13,23	14,85	15,20	13,21	5,25	19,80	3,41	13,66	15
3	26,17	24,75	23,68	17,49	22,09	27,50	23,89	37,15	18,18	24,75	20,28	37,94	18,74	18,77	21,73	27,78	24,43	17,49	37,94	6,06	23,78	25
4	2,06	<1,5	1,53	<0,5	2,33	0,00	<1	3,16	<2	0,35	1,52	<2	<2	1,45	1,57	<1	1,55	0,00	3,16	0,95	1,53	NEGATIVO
m lab	18,00	15,79	16,05	11,18	13,88	17,00	16,01	24,09	18,18	14,48	14,91	16,16	18,74	13,51	15,85	16,77	16,29	11,18	24,09	4,28	15,93	--

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

codice	1	6	7	8	14	3	4	5	9	10	11	12	13	14	15	16
ZS CAMP1	1,107	0,209	0,426	-0,925	-0,488	0,866	-0,05	2,364	non idoneo	-0,778	0,050	-1,563	non idoneo	-0,293	0,655	-0,770
ZS CAMP2	0,599	-0,251	0,128	-1,326	-0,627	-0,487	0,382	1,799	non idoneo	-0,663	0,402	-2,468	non idoneo	-0,128	0,348	0,452
ZS CAMP3	0,394	0,159	-0,018	-1,039	-0,280	0,614	0,018	2,206	-0,926	0,160	-0,578	2,336	-0,832	-0,827	-0,339	0,659
ZS LAB	0,484	-0,032	0,029	-1,109	-0,478	0,251	0,019	1,909	--	-0,337	-0,238	0,054	--	-0,565	-0,019	0,197

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

codice	1	6	7	8	14	3	4	5	9	10	11	12	13	14	15	16
1	2,83	0,53	1,09	-2,36	-1,25	2,21	-0,13	6,04	0,00	-1,99	0,13	-3,99	0,00	-0,75	1,67	-1,97
2	2,04	-0,86	0,44	-4,52	-2,14	-1,66	1,30	6,14	0,00	-2,26	1,37	-8,42	0,00	-0,44	1,19	1,54
3	2,39	0,96	-0,11	-6,30	-1,70	3,72	0,11	13,36	-5,61	0,97	-3,50	14,15	-5,04	-5,01	-2,05	3,99
m diff	2,42	0,21	0,47	-4,39	-1,69	1,42	0,43	8,51	-1,87	-1,09	-0,67	0,58	-1,68	-2,07	0,27	1,19
st diff	0,39	0,95	0,60	1,97	0,45	2,78	0,77	4,20	3,24	1,79	2,53	11,96	2,91	2,56	2,03	3,00
D	2,45	0,97	0,76	4,82	1,75	3,12	0,88	9,49	3,74	2,10	2,62	11,97	3,36	3,29	2,04	3,22

RISULTATI PER SINGOLO METODO

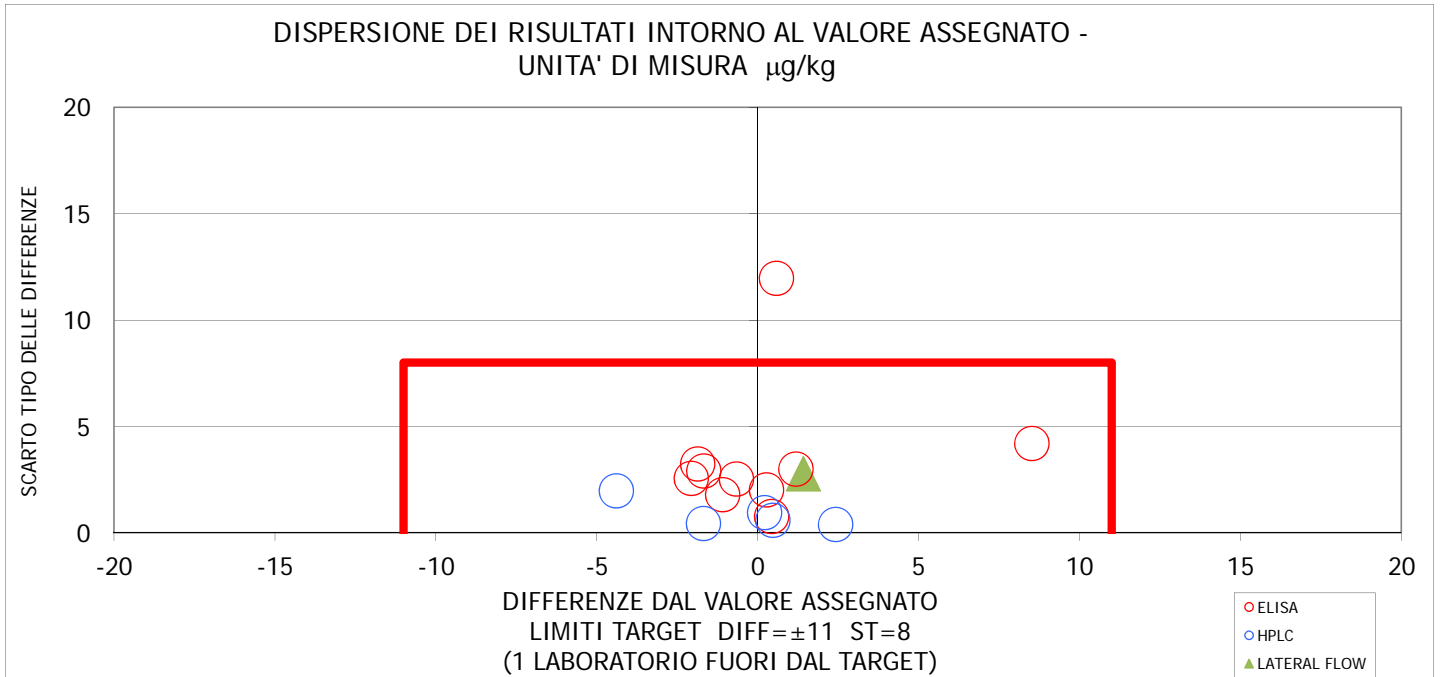
HPLC				
MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
9,46	6,93	12,12	2,03	9,82
12,66	9,14	15,71	2,50	12,81
22,83	17,49	26,17	3,34	23,68
1,97	1,53	2,33	0,41	2,06
14,98	11,18	18,00	2,27	15,79

ELISA				
MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL. ASS
9,42	5,30	15,33	2,92	9,16
13,52	5,25	19,80	3,93	14,85
25,15	18,18	37,94	6,98	23,89
1,34	0,00	3,16	1,11	1,48
16,88	13,51	24,09	4,42	16,16

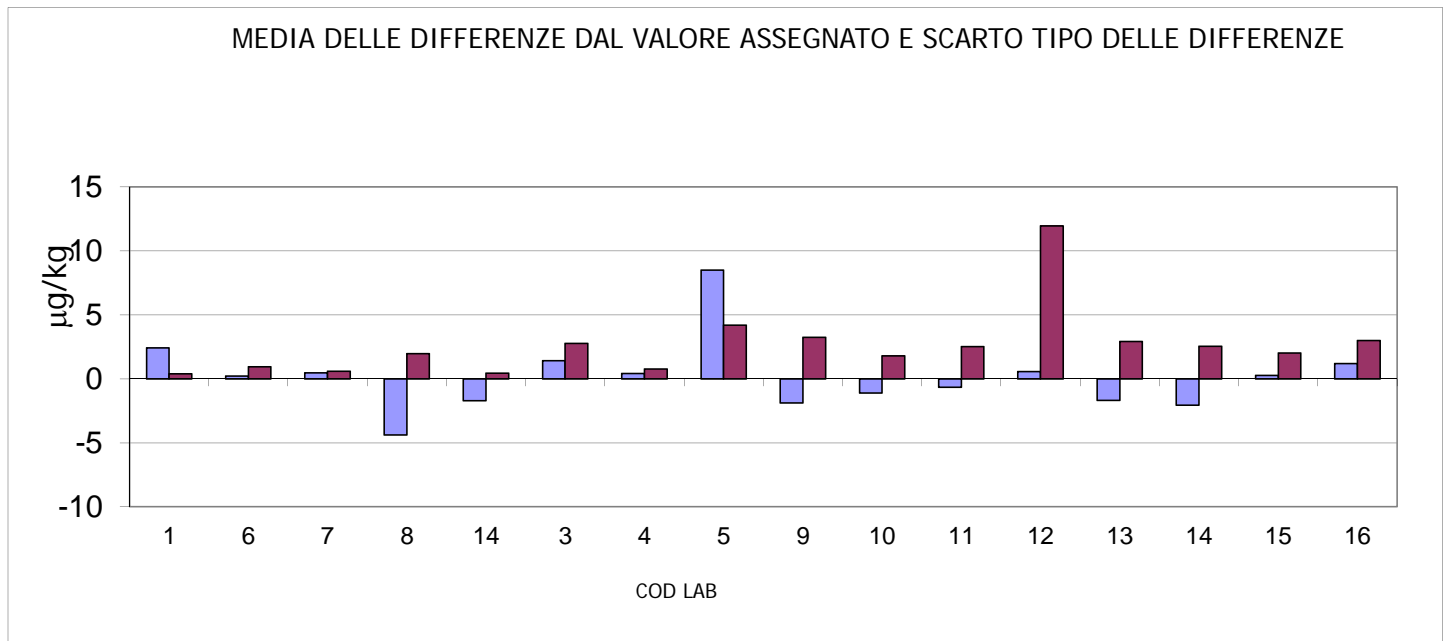


RING TEST
AFLATOSSINA B1
SETTEMBRE '18

ELISA ED HPLC

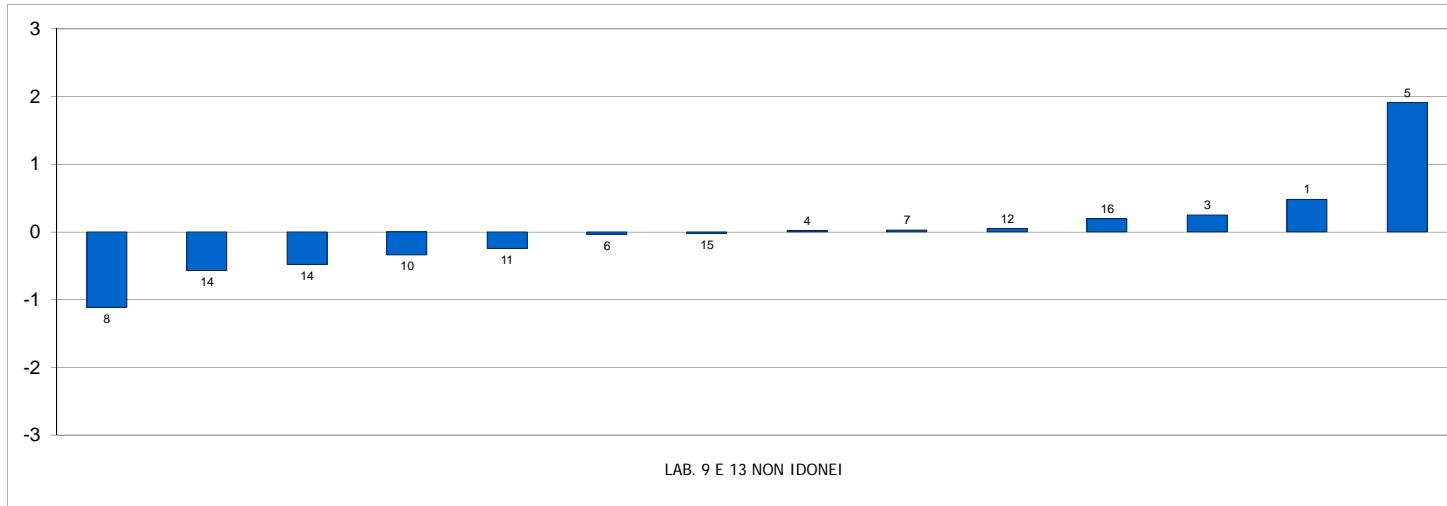


I LIMITI SONO STABILITI DALLA MEDIA PROGRESSIVA CALCOLATA DAL 2006 AL 2018, RIFERITO A TUTTI I METODI E TUTTI I LIVELLI DI AFLATOSSINA B1 (fino a $40\mu\text{g}/\text{kg}$)



ELISA ED HPLC - Z SCORE

Z-SCORE LABORATORI



FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE ELISA ED HPLC

