



**ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI**  
Laboratorio Standard Latte

# RING TEST DON NELLA FARINA DI MAIS

## MAGGIO 2017

(LOTTO RTDON 300517)

**VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA**  
Tel. +39 06 6678830 Fax. +39 06 6678811 email [lsi@aia.it](mailto:lsi@aia.it)



**ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI**  
Laboratorio Standard Latte

Indice	pag. 2
Norme e documenti di riferimento	pag. 3
Guida all'interpretazione del ring test	pag. 4
Valutazione del ring test	pag. 6
Elenco laboratori	pag. 7
Omogeneità	pag. 8
Ordinamento laboratori	pag. 9
Elaborazione statistica	pag. 10
Ripetibilità e riproducibilità	pag. 11
Grafici Z score	pag. 13



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI  
Laboratorio Standard Latte

## NORME E DOCUMENTI DI RIFERIMENTO

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

1. Elaborazione statistica considerata: GENERALE (comprendente tutti i risultati ottenuti con tutti i metodi di prova con i quali i laboratori hanno partecipato), ELISA – **E** (comprendente i risultati ottenuti secondo il metodo ELISA), HPLC - **H** (comprendente i risultati ottenuti con HPLC).
2. 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.
3. Numero identificativo dei campioni. In sequenza sono riportate la prima e la seconda ripetizione dell'analisi.
4. Media delle due ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi (media LAB).
5. Nel riquadro, posto in fondo alla pagina, sono riportate: la media aritmetica (Media), il valore minimo (Min), quello massimo (Max), lo scarto tipo (ST) e il valore assegnato (Val. ASS.). Il valore assegnato è la mediana ed è considerato il valore a cui far riferimento per le tutte le elaborazioni e confronti. Nei calcoli eseguiti non sono considerati i campioni outlier.
6. I valori dei campioni outlier al test di Cochran, di Grubbs e di Mandel (vedi tabella Ripetibilità – Riproducibilità – Outlier specifica per ogni analita) sono stampati in grassetto.
7. Il valore evidenziato in un riquadro è un risultato mancante che è stato sostituito con il corrispondente valore assegnato, al fine di poter calcolare lo Z Score della media dei risultati.
8. 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.
9. In questa parte dell'elaborato si riportano:
  - ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato;
  - ✓ la differenza delle medie dei laboratori dal relativo valore assegnato (m diff);
  - ✓ la differenza, in valore assoluto, tra le due ripetizioni
  - ✓ la differenza dal livello di contaminazione

# RING TEST AFLATOSSINA M1 NEL FORMAGGIO

1		2		3		4			
metodo	COD Lab	FORMAGGIO 1		FORMAGGIO 2		% recupero (HPLC)	MEDIA RIP.		MEDIA LAB
		I rip	II rip	I rip	II rip		FMG 1	FMG 2	
H	1	58	53	18	17	76%	55,50	17,50	36,50
E	2	51,0	51,0	< 50	< 50		51,00	--	n.a.
E	3	67,6	63,0	< 50	< 50		65,30	--	n.a.
E	4	64,9	54,4	< 50	< 50		59,65	--	n.a.
H	5	56,06	54,55	12,7	11,85	70%	55,31	12,28	33,79
E	6	86,0	67,1	43,2	43,8		66,55	43,50	55,03
H	7	38,42	41,22	13,1	12,03	83%	39,82	12,57	26,19
E	8	< 37,5	< 37,5	< 37,5	< 37,5		--	--	n.a.
E	9	167,0	154,0	< 50	< 50		160,50	--	n.a.
H	10	53,35	57,85	< 50	< 50	57%	55,60	--	n.a.
H	11	32,1	51,6	23,1	30,7	99%	41,85	26,90	34,38
E	12	37,5	54,0	26,3	33,8		45,75	30,05	37,90
E	13	67,3	67,3	< 50	< 50		67,30	--	n.a.
E	14	87,4	90,4	< 50	< 50		88,91	--	n.a.
H	15	45	47	10	8	94%	45,00	9,00	27,50
H	16	55,24	54,4	16,43	18,06	n.a.	54,82	17,25	36,03
E	17	65,3	69,0	19,4	--		67,13	19,35	43,24

Z-SCORE CALCOLATO DAL VAL ASS.		
ZS Fmg 1	ZS Fmg 2	ZS LAB
0,00	0,00	0,04
-0,36	CONFORME	N.A.
0,78	CONFORME	N.A.
0,33	CONFORME	N.A.
-0,02	-0,48	-0,19
0,88	2,39	1,62
-1,25	-0,45	-0,84
NON CONFORME	CONFORME	N.A.
8,35	CONFORME	N.A.
0,01	CONFORME	N.A.
-1,09	0,87	-0,14
-0,78	1,16	0,16
0,94	CONFORME	N.A.
2,66	CONFORME	N.A.
-0,76	-0,78	-0,73
-0,05	-0,02	0,00
0,92	0,17	0,61

DIFF TRA LE RIP.		DIFFERENZA DAL VALORE ASS.		
FMG 1	FMG 2	FMG 1	FMG 2	media lab
5,00	1,00	0,00	0,00	n.a.
0,00	n.a.	-4,50	n.a.	n.a.
4,60	n.a.	9,80	n.a.	n.a.
10,50	n.a.	4,15	n.a.	n.a.
1,51	0,85	-0,20	-5,23	-2,24
1,10	0,60	11,05	26,00	18,99
2,80	1,07	-15,68	-4,94	-9,84
n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
13,00	n.a.	105,00	n.a.	n.a.
4,50	n.a.	0,10	n.a.	n.a.
19,50	7,60	-13,65	9,40	-1,66
16,50	7,50	-9,75	12,55	1,87
0,00	n.a.	11,80	n.a.	n.a.
3,01	n.a.	33,41	n.a.	n.a.
2,00	2,00	-9,50	-8,50	-8,53
0,84	1,63	-0,68	-0,26	0,00
3,75	n.a.	11,63	1,85	7,21

GENERALE			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	63,81	20,93	36,73
MIN	39,82	9,00	26,19
MAX	160,50	43,50	55,03
ST	12,57	10,86	11,74
VAL.ASS.	55,50	17,50	36,03

ELISA			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	74,68	30,97	45,39
MIN	45,75	19,35	37,90
MAX	160,50	43,50	55,03
ST	12,93	12,10	8,76
VAL.ASS.	65,93	30,05	43,24

HPLC			
	FMG1	FMG2	media
MEDIA	49,84	15,91	32,40
MIN	39,82	9,00	26,19
MAX	55,60	26,90	36,50
ST	7,06	6,28	4,44
VAL.ASS.	54,82	14,91	34,08

E: Metodica ELISA  
H: metodica HPLC  
n.a.: non applicabile



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

**ZS FISSO:** da riportare su una carta di controllo per poter confrontarsi nel tempo con i successivi ring test.



# RING TEST DON

## Maggio 2017

### ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ASS.REGIONALE ALLEVATORI CREMA  
ASS. REGIONALE ALLEVATORI POTENZA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PADOVA  
ASS.REGIONALE ALLEVATORI TORINO  
BIOCHEMICAL SERVICE  
LABORATORIO NIRO  
LABORATORIO STANDARD LATTE  
LABORATORIO VAILATI  
MOLINO PEILA  
NUTRISERVICE  
PROGNOSIS BIOTECH LTD  
SYNLAB

Laboratori partecipanti	12
Sessioni di lavoro per HPLC	7
Sessioni di lavoro per ELISA	9
Unità di misura	µg/kg
Invio dei campioni	30 maggio
Data indicata per l'invio dei risultati	16 giugno
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	90%
Ultimi risultati ricevuti	21 giugno
Invio delle elaborazioni statistiche	27 giugno
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	29
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani

KIT ELISA UTILIZZATI	%
R-BIOPHARM	33%
TECNA	56%
PROGNOSIS BIOTECH	11%



RT DON  
MAGGIO '17

## OMOGENEITA' ED INCERTEZZA DI MISURA

DON $\mu\text{g}/\text{kg}$				
Camp.	Val. ass.	Oss	IC	$\pm U$
1	<b>467</b>	14	37	<b>74</b>
2	<b>1598</b>	14	104	<b>207</b>

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 c

**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 maggiore

tra l'intervallo di confidenza e l'omogeneità del lotto  $p = 95\%$   $k = 2$ .



RT DON  
MAGGIO '17

# ORDINAMENTO LABORATORI

ELISA ED HPLC			
ORD	LAB	ZSCORE LAB*	%
1	12	0,000	6%
2	10	0,104	13%
3	3	0,210	19%
4	11	0,219	25%
5	2	0,291	31%
6	16	0,329	38%
7	9	0,612	44%
8	13	0,685	50%
9	4	0,693	56%
10	15	0,823	63%
11	14	1,223	69%
12	8	1,291	75%
13	5	2,024	81%
14	6	2,097	88%
15	7	3,502	94%
16	1	11,892	100%



\* ZSCORE LAB E' ESPRESSO IN VALORE ASSOLUTO



RT DON  
MAGGIO '17

Espressione dei risultati: µg/kg

metodo e %recupero	COD Lab	CAMPIONE 1		CAMPIONE 2	
		I rip	II rip	I rip	II rip
E	1	2025	2258	4765	4890
E	2	492	492	1853	1714
E	3	411	463	1768	1843
E	4	773	685	1725	1693
E	5	328	332	1030	987
E	6	351	318	1014	935
E	7	190	198	559	534
E	8	410	400	1210	1250
E	9	688	655	1266	1211
H - 100%	10	465	471	1639	1824
H - 100%	11	444	416	1623	1655
H - 80%	12	618	584	1580	1533
H - 91%	13	496	511	1390	1364
H - 95%	14	470	485	2150	2200
H - 89,7%	15	940	962	886	861
H - 78%	16	428	504	1956	1693

MEDIA RIP.		
CAMP.1	CAMP.2	MEDIA LAB
2142	4828	3485
492	1783	1138
437	1806	1121
729	1709	1219
330	1009	669
335	975	655
194	547	370
405	1230	818
672	1239	955
468	1732	1100
430	1639	1035
601	1557	1079
504	1377	940
478	2175	1326
951	874	912
466	1825	1145

Z-SCORE		
ZS CAMP. 1	ZS CAMP. 2	ZS LAB
12,136	8,402	11,892
0,181	0,483	0,291
-0,219	0,541	0,210
1,899	0,289	0,693
-0,993	-1,533	-2,024
-0,960	-1,622	-2,097
-1,979	-2,735	-3,502
-0,449	-0,957	-1,291
1,482	-0,935	-0,612
0,007	0,348	0,104
-0,269	0,107	-0,219
0,971	-0,107	0,000
0,265	-0,574	-0,685
0,076	1,502	1,223
3,508	-1,884	-0,823
-0,007	0,590	0,329

DIFF TRA LE RIP.		DIFFERENZA DAL VALORE ASS.		DIFFERENZA DAL VALORE CONTAMINAZIONE	
CAMP. 1	CAMP. 2	CAMP. 1	CAMP. 2	CAMP. 1	CAMP. 2
233	125	1675	3230	1542	3230
0	140	25	186	-108	186
53	75	-30	208	-163	208
88	32	262	111	129	111
4	43	-137	-589	-270	-589
33	79	-133	-623	-266	-623
8	25	-273	-1051	-406	-1051
10	40	-62	-368	-195	-368
33	55	205	-359	72	-359
6	185	1	134	-132	134
28	32	-37	41	-170	41
34	47	134	-41	1	-41
15	26	37	-221	-97	-221
15	50	11	577	-123	577
22	25	484	-724	351	-724
76	263	-1	227	-134	227

GENERALE			
	CAMP. 1	CAMP. 2	MEDIA LAB
MEDIA	499	1432	965
MIN	194	547	370
MAX	2142	4828	3485
ST	138	384	202
VAL.ASS.	467	1598	1079
LIVELLO CONTAMINAZIONE	600	1500	--

ELISA			
	CAMP. 1	CAMP. 2	MEDIA LAB
MEDIA	637	1680	868
MIN	194	547	370
MAX	2142	4828	3485
ST	179	364	231
VAL.ASS.	421	1239	955

HPLC			
	CAMP. 1	CAMP. 2	MEDIA LAB
MEDIA	557	1597	1077
MIN	430	874	912
MAX	951	2175	1326
ST	59	404	129
VAL.ASS.	473	1639	1089

E: Metodica ELISA

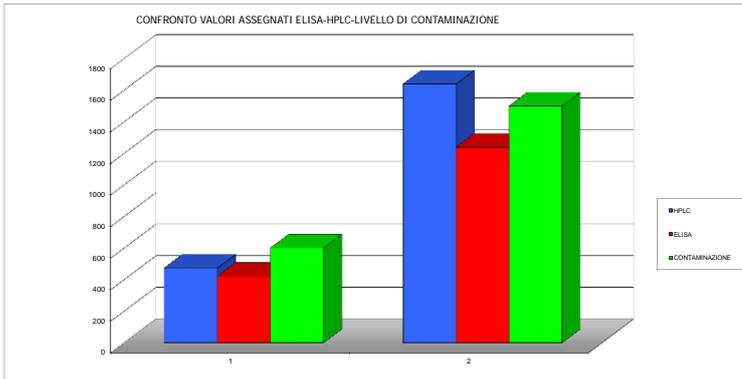
H: metodica HPLC



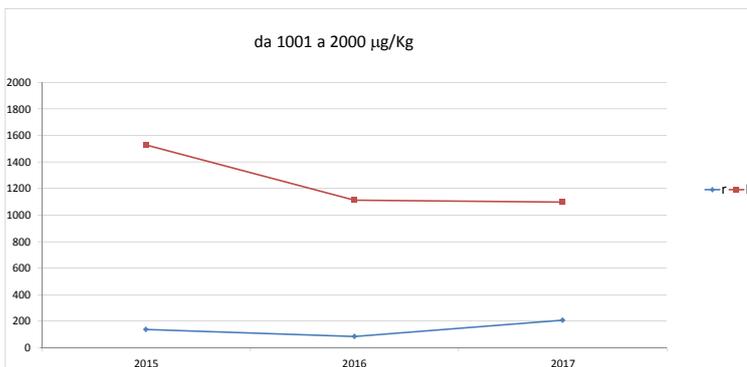
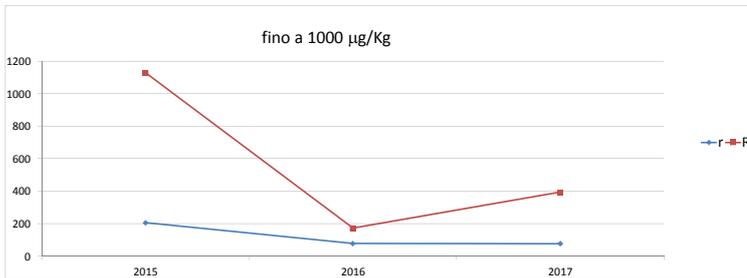
RT DON  
MAGGIO '17

CONFRONTO ELISA-HPLC: VALORE ASSEGNATO, RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' MAGGIO 2017

CAMP.	VALORI ASSEGNATI $\mu\text{g}/\text{kg}$		
	HPLC	ELISA	CONTAMINAZIONE
1	473	421	600
2	1639	1239	1500



ANDAMENTO DI RIPETIBILITA' E RIPRODUCIBILITA' 2015-2017





RT DON  
MAGGIO '17

Tutti i dati in entrata sono stati scrutinizzati al fine di evidenziare valori palesemente anomali (UNI ISO 5725-2 P. 7.2.5). Pertanto, i seguenti dati non sono stati considerati nell'elaborazione statistica dei risultati

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2
1	1	1	2025	2258
2	2	1	4765	4890

I dati in entrata sono valutati secondo il test statistico di Mandel (ISO5725-2:1994, par. 7.3.1)

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2
1	1	15	940	962
2	2	7	559	534

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

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Out
1	14	467	78	394	27	139	6	30	29	
2	14	1495	207	1098	73	388	5	26	25	

#### NON CI SONO LABORATORI OUTLIERS

##### LEGENDA

r	ripetibilità
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproduzione
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

