



PTP N° 0023 P

PROGRAMMA

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

RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE
ENUMERAZIONE DEI MICROORGANISMI A 30° C
FEBBRAIO 2022
LATTE DI VACCA CRUDO

RTCBT 30°C 220222

Associazione Italiana Allevatori – Laboratorio Standard Latte
Via dell'industria snc - 00054 Maccarese, Roma
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail isl@aia.it



INDICE

Indice.....	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del Ring Test.....	pag. 4
Elenco laboratori	pag. 6
Incertezza di misura e risultati.....	pag. 7
Dati.....	pag. 8
Elaborazione generale e grafici.....	pag. 9



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:

- ISO 5725 – 2:2019 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 2;
- ISO 13528:2015 – Statistical methods for use in Proficiency Testing by laboratory comparison
- 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
- ISO Guide 17034:2016 – General requirements for the competence of reference material producer
- ISO/IEC 17025:2018: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- J. Dairy Sci. 99:6808-6827: A proficiency test system to improve performance of milk analysis methods and produce reference values for component calibration samples for infrared milk analysis.
- ISO GUIDE 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability
- ISO 7218:2013 Microbiology of food and animal feeding stuff- General requirements and guidance for microbiological examinations

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)



GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Il presente Ring Test ha l'obiettivo di valutare le performance dei laboratori partecipanti in conformità alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043.

Il Laboratorio Standard Latte è accreditato come provider di prove valutative interlaboratorio (Proficiency Testing Provider, PTP) da Accredia, con codice PTP N°0023P .

Tutte le informazioni in possesso del Laboratorio Standard Latte sui partecipanti sono riservate e non saranno divulgate a nessuno se non esplicitamente concordato con il partecipante.

Questo Ring Test è stato effettuato su 5 lotti di latte di vacca crudo.

A ciascun campione è stato aggiunto il conservante sodio azide 0.2%.

L'omogeneità e la stabilità sono state verificate, con esito positivo, in conformità alla norma ISO 13528 - Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, per ciascun lotto.

L'unimodalità della distribuzione dei risultati è stata verificata attraverso il diagramma di densità di Kernel.

1. Il requisito di unimodalità dei dati è confermato dalla condizione per cui $s^* < 1.2s_{RT}$
 s^* = scarto tipo robusto calcolato attraverso l'algoritmo A (ISO 13528 C.3.1).
2. Se tale requisito non viene soddisfatto, l'incertezza di misura non viene calcolata e sono forniti i valori di media, scarto tipo e zscore a solo titolo informativo.

I laboratori sono identificati da un numero che viene comunicato per e-mail.

La valutazione della performance del laboratorio viene calcolata sulla media delle repliche.

I laboratori outliers sono stati valutati attraverso il test di Cochran ed il test di Grubbs.

Prima di procedere al calcolo degli outliers, quando necessario, si eliminano i dati del laboratorio che presentano una differenza dalla media di tutti i risultati pari a 3 volte lo scarto tipo per quel campione (prescrutinizzazione).

Tutti i risultati outliers sono evidenziati in neretto.

VALORE ASSEGNATO

Il valore assegnato è rappresentato dalla media dei risultati esclusi gli outliers.

Lo scarto tipo del Ring Test deriva dalla deviazione standard dei risultati dei laboratori esclusi gli outliers.

Nel caso in cui $p < 12$ viene eseguita una statistica descrittiva e non può essere fornita la valutazione della performance del laboratorio partecipante.

Si calcola quindi solo:

- media come valore assegnato
- scarto tipo come deviazione standard dei risultati

VALUTAZIONE DEI LABORATORI: ZSCORE E DISTANZA EUCLIDIANA D

Lo zeta score (zs) di ciascun campione viene calcolato:



$$z_s = (x_i - x_{RTi}) / s_{RTi}$$

x_i = media del campione i_{esimo}

x_{RTi} = valore assegnato del campione i_{esimo} (media dei risultati)

s_{RTi} = scarto tipo del campione i_{esimo} (deviazione standard dei risultati esclusi gli outliers)

Lo z_s deve essere utilizzato dal laboratorio partecipante per valutare la propria performance nel Ring Test effettuato:

$ z_s \leq 2$	Soddisfacente
$2 < z_s < 3$	Dubbio
$ z_s \geq 3$	Insoddisfacente

Nel report sono evidenziati in arancione i valori di z_s dubbi, in rosso quelli insoddisfacenti.

La distanza euclidiana D rappresenta la dispersione dei valori intorno al valore assegnato:

$$D = \sqrt{(m_{diff}^2 + st_{diff}^2)}$$

m_{diff} = la media aritmetica delle singole differenze (m_{diff});

st_{diff} = lo scarto tipo delle differenze (st_{diff});

Il valore di D ottenuto può essere utilizzato per valutare come il proprio laboratorio si è classificato rispetto all'andamento generale del ring test.

Nel caso in cui il numero dei campioni sia inferiore a 3 non è calcolata la D .

INCERTEZZA DI MISURA

L'incertezza di misura $u(x)$ per campione viene calcolata secondo la formula:

$$u(x) = s_{RT} / \sqrt{p}$$

s_{RT} = scarto tipo del Ring Test ottenuto dai risultati dei laboratori esclusi gli outliers

p = numero di osservazioni valide

L'incertezza di misura viene pubblicata sul report finale solo se supera il criterio di accettabilità $u(x) < 0,3 * s_{RT}$.

Nel caso in cui il criterio di accettabilità non sia rispettato il valore assegnato non è affidabile e non può essere fornita una valutazione dei laboratori per il parametro interessato. In tal caso viene fornito il valore dello z score solo a titolo informativo.

Nel caso in cui la distribuzione dei risultati non sia unimodale oppure $p < 12$, l'incertezza di misura non può essere valutata.



**RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE A 30°C
FEBBRAIO 2022
IN LOG UFC/ml**



PTP N° 0023 P

LATTE DI VACCA

ELENCO DEI LABORATORI

CASEIFICIO FRANZIA LATTICINI

ASSOCIAZIONE REGIONALE ALLEVATORI VENETO

CASEIFICIO SOCIALE MANCIANO

CENTRALE LATTE ITALIA- FUORNI

CENTRALE LATTE ITALIA- REGGIO EMILIA

FATTORIA LATTE SANO

FATTORIE GAROFALO

GENNARO AURICCHIO S.p.A.

LATTERIA SORESINA

LOM KCHZ LR - POLONIA

STERILGARDA ALIMENTI S.p.A.

DATA INVIO CAMPIONI	22/02/2022
DATA INDICATA PER L'INVIO RISULTATI	03/03/2022
% DEI RISULTATI RICEVUTI NEI LIMITI INDICATI	95%
ULTIMI RISULTATI RICEVUTI	07/03/2022
DATA EMISSIONE REPORT DEL RING TEST	24/03/2022
GIORNI IMPIEGATI TRA L'INVIO DEI CAMPIONI E L'EMISSIONE DEL REPORT	30
COORDINATORE	Rosa Maria Continanza
RESPONSABILE EMISSIONE	Annunziata Fontana



RISULTATI

	1	ZS1	Outlier	2	ZS2	Outlier	3	ZS3	Outlier	4	ZS4	Outlier	5	ZS5	Outlier
1	4,53	0,71		5,28	0,65		5,66	0,45		4,47	0,26		5,26	--	
2	4,54	0,79		4,44	-1,98		4,51	-2,22		5,07	2,65		--	--	
3	4,18	-1,38		5,33	0,81		5,61	0,35		4,22	-0,75		5,39	--	
4	4,41	-0,03		5,24	0,54		5,54	0,19		4,37	-0,13		5,35	--	
5	4,41	0,00		5,29	0,67		5,61	0,35		4,45	0,20		5,31	--	
6	4,60	1,10		4,55	-1,63		4,61	-1,98		4,53	0,50		4,66	--	Grubbs
7	4,35	-0,36		5,13	0,18		5,46	-0,01		4,14	-1,06		5,17	--	
8	4,43	0,12		5,12	0,15		5,48	0,03		4,39	-0,06		5,28	--	
9	4,39	-0,13		5,17	0,30		5,46	-0,02		4,40	-0,02		5,27	--	
10	4,43	0,12		5,18	0,35		5,43	-0,08		4,40	-0,01		5,27	--	
11	4,61	1,14		4,55	-1,62		5,69	0,52		4,45	0,19		5,34	--	
12	4,57	0,96		5,27	0,63		5,78	0,74		4,50	0,40		5,38	--	
13	4,08	-1,96		5,30	0,70		5,74	0,65		4,04	-1,45		5,56	--	
14	4,04	-2,17		5,24	0,52		6,37	2,10		4,04	-1,45		3,48	--	Grubbs

valore assegnato	4,4	5,1	5,5	4,4	5,13
s _{RT}	0,2	0,3	0,4	0,3	0,54
u	0,05	--	--	0,07	--
p	14	14	14	14	11
s _R	0,18	0,32	0,44	0,25	
s _r	0,05	0,04	0,04	0,07	
s _R rel %	4%	6%	8%	6%	
s _r rel %	1%	1%	1%	2%	
R	0,49	0,89	1,22	0,71	
r	0,13	0,10	0,12	0,20	
Percentuale di score soddisfacenti	93%	100%	86%	93%	
Percentuale di score dubbi	7%	0%	14%	7%	
Percentuale di score insoddisfacenti	0%	0%	0%	0%	
numero di laboratori che hanno riportato i risultati	14	14	14	14	13

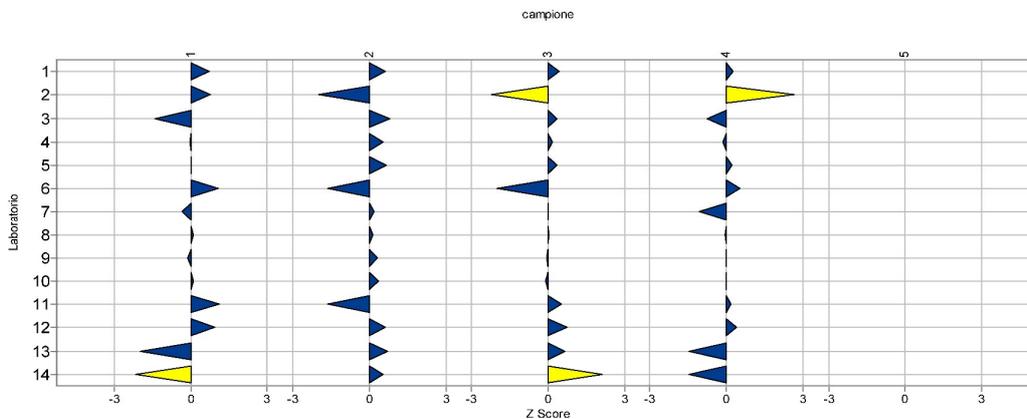
IL VALORE ASSEGNATO E LO SCARTO TIPO DEL CAMPIONE 5 VENGONO RIPORTATI SOLO A SCOPO INFORMATIVO PERCHE' $p < 12$
L'INCERTEZZA DI MISURA DEI CAMPIONI N.2 E 3 NON PUO' ESSERE STIMATA PERCHE' I DATI PRESENTANO UNA DISTRIBUZIONE MULTIMODALE.
MEDIA, SCARTO TIPO E ZSCORE SONO FORNITI A SOLO SCOPO INFORMATIVO

Legenda:

- sRT scarto tipo del Ring Test
- p: Numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica
- u: incertezza di misura
- s_R scarto tipo di Riproducibilità
- s_r: scarto tipo di ripetibilità
- R riproducibilità
- r: ripetibilità
- s_R relativa %: scarto tipo di riproducibilità relativo
- s_r relativa %: scarto tipo di ripetibilità relativo

- Z SCORE $2 < |z_s| < 3$
- Z SCORE $|z_s| \geq 3$

Z SCORE





RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE A 30°C

FEBBRAIO 2022

IN LOG UFC/ml

LATTE DI VACCA



PTP N° 0023 P

lab	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	33000	19000	15000	23100	24500	44000	24000	26000	25000	26000	44000	41000	11100	11500
2	188000	28000	210000	169000	202000	40000	147000	119000	143000	149000	44000	178000	206000	172000
3	520000	27000	400000	316000	403000	43000	310000	298000	279000	255000	470000	610000	520000	2320000
4	29000	128000	17000	24300	34600	40000	17500	27000	26000	28000	35000	33000	10600	11200
5	192000		250000	218000	223000	49000	164000	169000	185000	179000	190000	250000	360000	
1B	20000	200000	20000	31000		0	35000	30000	10000	30000	50000	30000	13000	11000
2B	170000	40000	250000	160000	180000	5000	165000	120000	150000	160000	200000	310000	250000	180000
3B	600000	50000	450000	270000	470000	3000	290000	340000	320000	270000	300000	800000	700000	2500000
4B	29000	130000	20000	25000		2000	30000	20000	20000	40000	50000	40000	20000	13000
5B	210000		250000	200000		2000	135000	190000	220000	250000	200000	200000	400000	38000
1	37000	19000	15000	26000	33400	43000	19500	27000	26000	27000	35000	35000	12500	
2	190000	26000	215000	178000	186000	37000	126000	147000	150000	154000	35000	181000	182000	
3	390000	35000	410000	390000	416000	47000	269500	295000	285000	282000	530000	570000	590000	
4	30000	104000	16000	22900	29100	34000	10500	23000	24000	22000	28000	31000	11200	
5	169000		240000	229000	226000	52000	139500	214000	182000	182000	240000	230000	360000	
1B	30000	200000	20000	34000		0	20000	40000	20000	40000	50000	30000	19000	
2B	230000	30000	200000	230000	190000	3000	80000	130000	160000	160000	230000	240000	220000	
3B	400000	50000	500000	420000	360000	2000	300000	330000	310000	300000	400000	700000	400000	
4B	33000	130000	20000	24000		2000	10000	20000	30000	20000	30000	20000	10000	
5B	180000		250000	230000		2000	105000	170000	230000	230000	400000	300000	300000	

MEDIA DELLE 4 RIPETIZIONI

lab	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	34000	35000	15000	25000	26000	40000	22000	27000	25000	27000	40000	37000	12000	6000
2	190000	28000	214000	175000	193000	35000	135000	132000	147000	152000	40000	188000	198000	86000
3	459000	33000	411000	352000	410000	41000	290000	300000	285000	270000	500000	605000	555000	1168000
4	30000	117000	17000	24000	29000	34000	15000	25000	25000	25000	32000	32000	11000	6000
5	182000		245000	223000	204000	46000	149000	190000	187000	186000	215000	241000	359000	2000

MEDIA DELLE 4 RIPETIZIONI ESPRESSE IN SCALA LOGARITMICA

lab	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	4,53	4,54	4,18	4,40	4,41	4,60	4,34	4,43	4,40	4,43	4,60	4,57	4,08	3,78
2	5,28	4,45	5,33	5,24	5,29	4,54	5,13	5,12	5,17	5,18	4,60	5,27	5,30	4,93
3	5,66	4,52	5,61	5,55	5,61	4,61	5,46	5,48	5,45	5,43	5,70	5,78	5,74	6,07
4	4,48	5,07	4,23	4,38	4,46	4,53	4,18	4,40	4,40	4,40	4,51	4,51	4,04	3,78
5	5,26	--	5,39	5,35	5,31	4,66	5,17	5,28	5,27	5,27	5,33	5,38	5,56	3,30

LEGENDA:

I CAMPIONI IDENTIFICATI CON NUMERI DA 1 A 5 SI RIFERISCONO ALLA PRIMA DILUIZIONE

I CAMPIONI IDENTIFICATI CON NUMERI DA 1B A 5B SI RIFERISCONO ALLA DILUIZIONE SUCCESSIVA



**RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE A 30°C
FEBBRAIO 2022**

IN LOG UFC/ml

LATTE DI VACCA



PTP/N° 0022 P

COD	medie				
	1	2	3	4	5
1	0,12	0,21	0,19	0,07	--
2	0,13	-0,63	-0,96	0,66	--
3	-0,23	0,26	0,15	-0,19	--
4	0,00	0,17	0,08	-0,03	--
5	0,00	0,21	0,15	0,05	--
6	0,19	-0,52	-0,85	0,13	--
7	-0,06	0,06	0,00	-0,27	--
8	0,02	0,05	0,01	-0,02	--
9	-0,02	0,10	-0,01	-0,01	--
10	0,02	0,11	-0,03	0,00	--
11	0,20	-0,52	0,22	0,05	--
12	0,16	0,20	0,32	0,10	--
13	-0,33	0,22	0,28	-0,36	--
14	-0,37	0,17	0,90	-0,36	--

m diff	st diff	D
0,15	0,07	0,16
-0,20	0,73	0,76
0,00	0,24	0,24
0,05	0,09	0,11
0,10	0,10	0,14
-0,27	0,51	0,57
-0,07	0,14	0,16
0,02	0,03	0,03
0,02	0,05	0,06
0,02	0,06	0,07
-0,01	0,35	0,35
0,20	0,09	0,22
-0,05	0,35	0,35
0,08	0,60	0,61

ORD	COD	D	%
1	8	0,03	7%
2	9	0,06	14%
3	10	0,07	21%
4	4	0,11	29%
5	5	0,14	36%
6	7	0,16	43%
7	1	0,16	50%
8	12	0,22	57%
9	3	0,24	64%
10	11	0,35	71%
11	13	0,35	79%
12	6	0,57	86%
13	14	0,61	93%
14	2	0,76	100%

ORD = ordinamento;

D = distanza euclidiana dall'origine degli assi.

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

dove

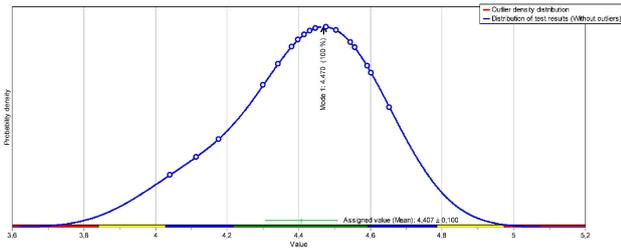
m diff = m lab - valore di riferimento;

st diff = scarto tipo delle differenze

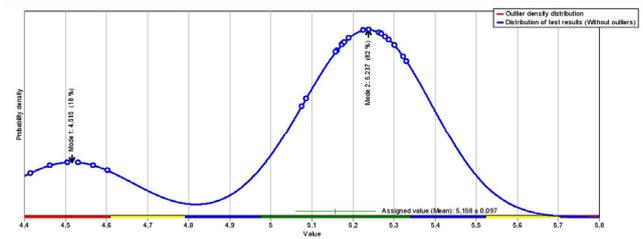


DIAGRAMMA DI DENSITA' DI KERNEL

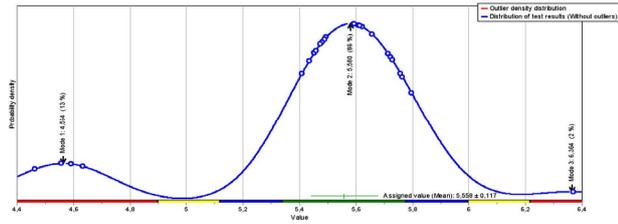
CAMPIONE 1



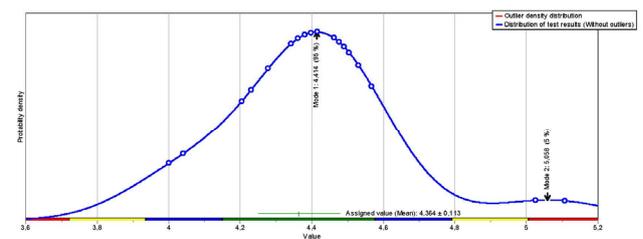
CAMPIONE 2



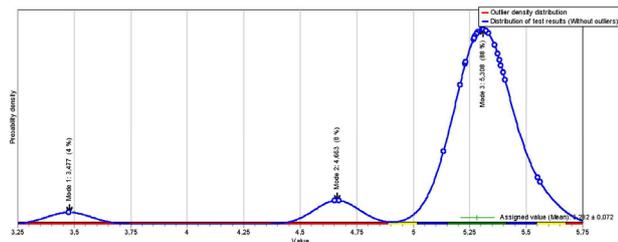
CAMPIONE 3



CAMPIONE 4



CAMPIONE 5

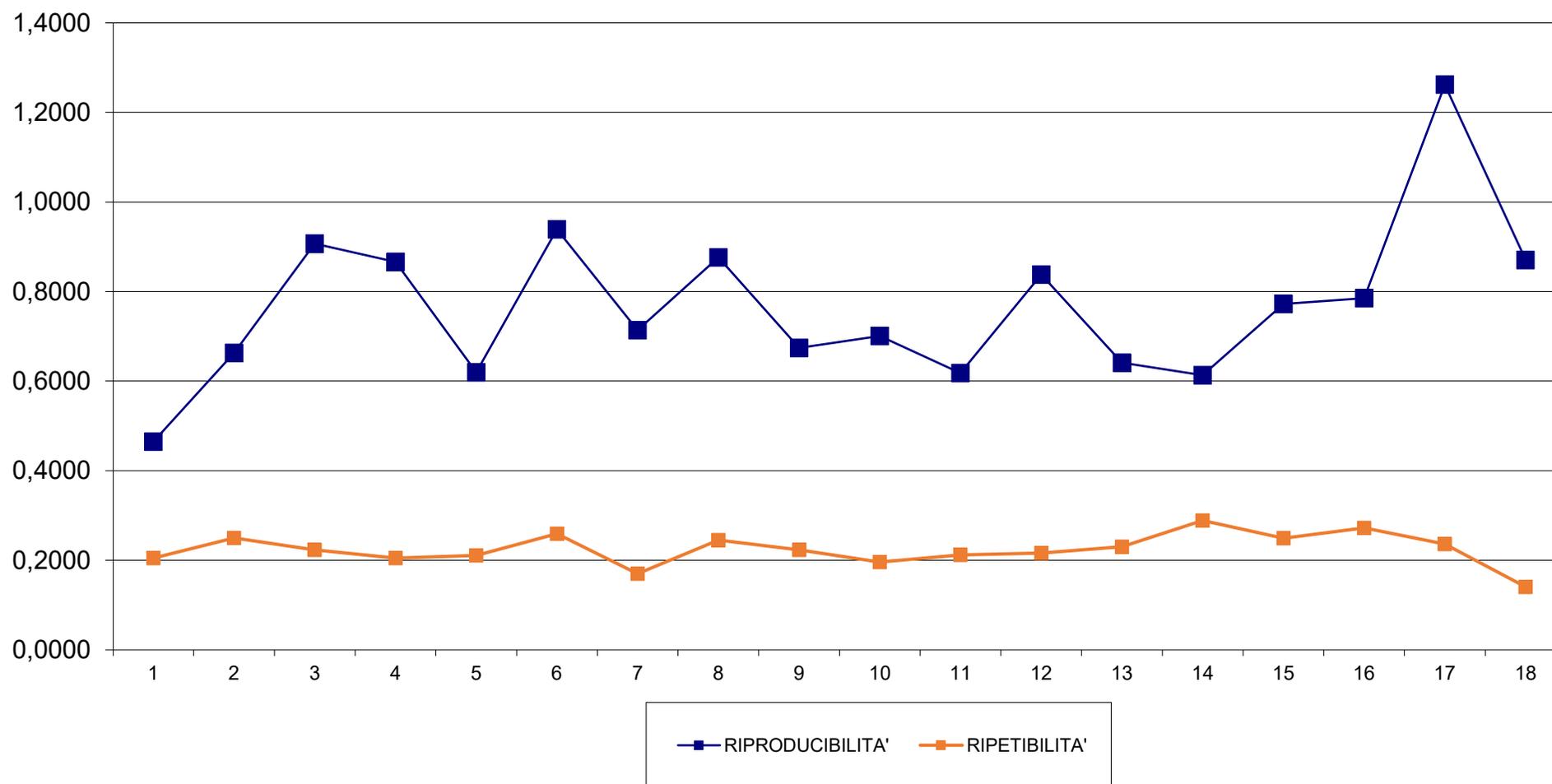




**ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE A 30°C
FEBBRAIO 2016- FEBBRAIO 2022**



PTP N° 0023 P

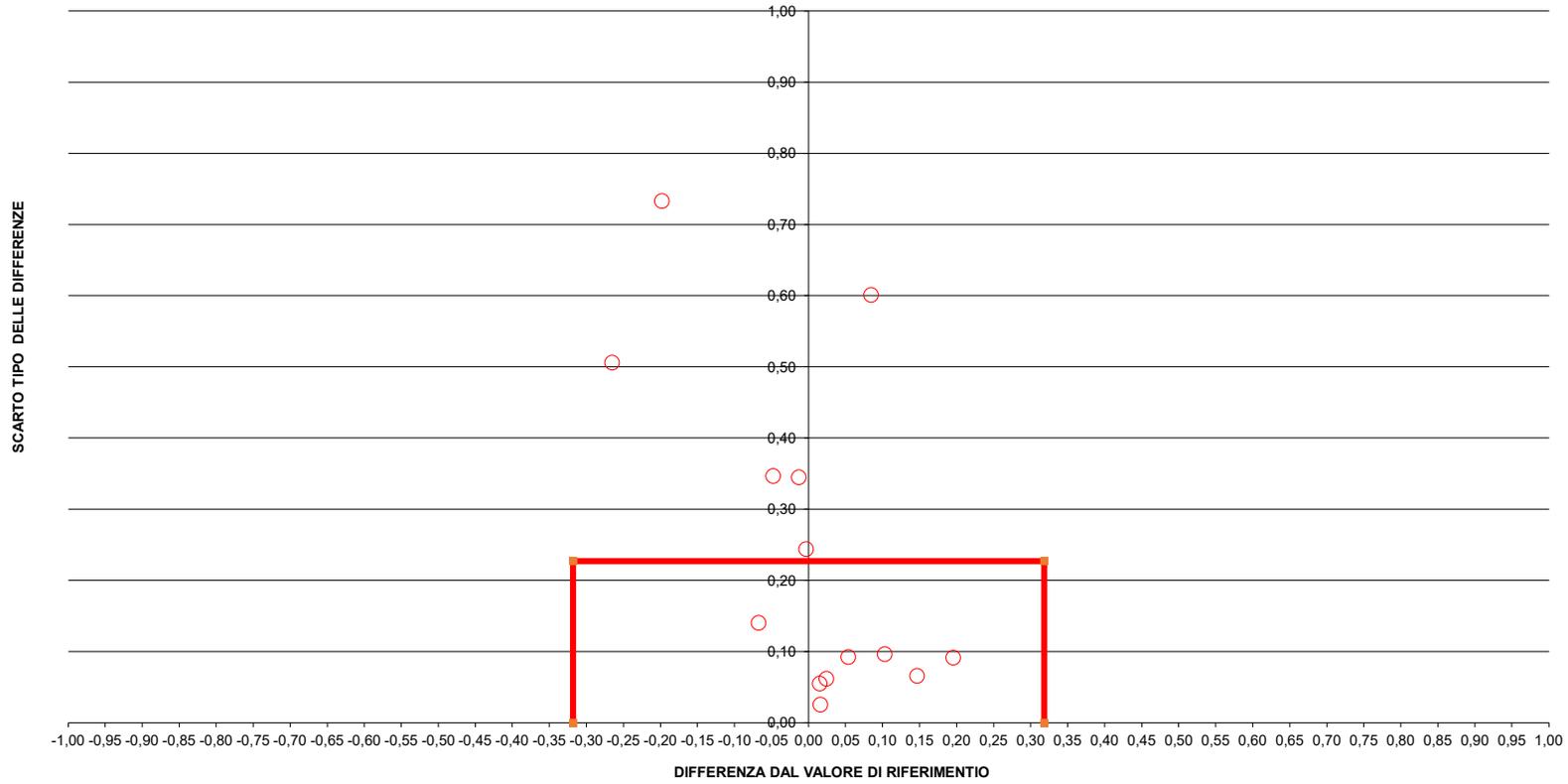




RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE A 30 °C
FEBBRAIO 2022
IN LOG UFC/ml



PTP N° 0022 P



laboratori fuori 42 %