



PTP N° 0023 P

PROGRAMMA

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

RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA LATTE TERMIZZATO MAGGIO 2022

RTCR 030522

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



INDICE

Indice	pag. 2
Norme e documenti di riferimento	pag. 3
Guida all'interpretazione e valutazione del ring test	pag. 4
Elenco laboratori	pag. 7
Crioscopia	pag. 8
Diagramma di densità di Kernel	pag. 9
Grafici	pag.10

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:

- 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.

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'A. Fontana', is written below the printed name.

GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE E VALUTAZIONE DEL RING TEST

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 6 lotti di latte vaccino termizzato in provette in vetro da 24 ml.

A ciascun campione è stato aggiunto il conservante Bronopol 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. I dati hanno distribuzione unimodale quando l'area del picco è uguale o maggiore al 95%.

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 e la distribuzione risulta multimodale, 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 è stato precedentemente 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 dalle figure di precisione del RT: $s_{RT} = \sqrt{s_{R(RT)}^2 - s_{I(RT)}^2} / 2$ e corrisponde alla 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:

$$zs = (xi - xRTi) / sRTi$$

xi = media del campione i esimo

$xRTi$ = valore assegnato del campione i esimo (media dei risultati)

$sRTi$ = scarto tipo del campione i esimo

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

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

Nel report sono evidenziati in arancione i valori di zs dubbi, in rosso quelli insoddisfacenti. Il Laboratorio Standard latte fornisce lo zs fisso, qualora disponibile, calcolato con lo scarto tipo fisso risultato delle medie delle varianze degli scarti tipo dei Ring test precedenti fino al 2018.

Lo ZS fisso permette di monitorare l'andamento del laboratorio nel tempo ed individuare le linee di tendenza (carta di controllo). Non ha scopo valutativo per il presente RT.

I valori di st fisso, per il Ring Test Specialistico Crioscopia, stabilito per l'anno in corso è il seguente:

✓ Crioscopia 2.6 m°C

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

$$D = \sqrt{(mdiff^2 + stdiff^2)}$$

$m\ diff$ = 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:

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

sRT= scarto tipo del Ring Test

p = numero di osservazioni valide

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

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.



PTP N° 0023 P

ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI

A.G.A.LAB. SNC DI BRUNO A & C.
ARIETE FATTORIA LATTE SANO SPA
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI VENETO
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI LOMBARDIA
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI PIEMONTE
BIOLAB RESEARCH SRL
CASEIFICIO SOCIALE MANCIANO
CASEIFICIO VILLA SRL
CENTRALE DEL LATTE D' ITALIA S.P.A
G.ALBERTI & C. SPA
GENNARO AURICCHIO spa
LATTERIA SORESINA SCA-STAB.PESCHIERA B.

Laboratori partecipanti	12
Invio dei campioni	03/05/2022
Data indicata per l'invio dei risultati	12/05/2022
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	86%
Ultimi risultati ricevuti	17/05/2022
Data emissione elaborato del Ring Test	23/05/2022
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	20
Coordinatore	Angelica Di Giovenale
Responsabile emissione	Annunziata Fontana



RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO
MAGGIO 2022



RISULTATI

LAB	1 ZS1 Outlier	2 ZS2 Outlier	3 ZS3 Outlier	4 ZS4 Outlier	5 ZS5 Outlier	6 ZS6 Outlier
1	-520,3 -0,6	-570,3 -0,6	-551,5 -1,2	-417,3 -1,1	-531,3 -0,9	-611,0 -1,0
2	-521,0 -1,0	-569,0 -0,1	-548,0 0,1	-416,0 -0,6	-528,5 -0,1	-607,0 0,2
3	-518,5 0,5	-569,0 -0,1	-547,0 0,4	-416,0 -0,6	-528,0 0,1	-608,0 -0,1
4	-519,5 -0,1	-568,5 0,1	-546,5 0,6 Cochran	-414,5 0,1	-528,0 0,1	-608,0 -0,1
5	-522,5 -1,9	-571,5 -1,1	-546,0 0,8	-414,5 0,1	-530,0 -0,5	-607,5 0,1
6	-519,5 -0,1	-567,5 0,5	-550,0 -0,6	-413,5 0,6	-526,0 0,6	-607,0 0,2
7	-517,5 1,1	-562,5 2,5	-542,2 2,2	-408,0 3,0 Grubbs	-520,0 2,3	-599,5 2,5
8	-518,1 0,7	-562,0 2,7	-541,5 2,4	-408,3 2,9	-520,5 2,2	-600,5 2,2
9	-520,0 -0,4	-570,0 -0,5	-549,5 -0,5	-417,5 -1,2	-528,5 -0,1	-611,5 -1,1
10	-519,0 0,2	-570,0 -0,5	-550,0 -0,6	-414,5 0,1	-529,0 -0,2	-611,5 -1,1
11	-518,0 0,8	-569,0 -0,1	-549,0 -0,3	-414,5 0,1	-527,0 0,3	-607,0 0,2
12	-517,0 1,4	-566,5 0,9	-550,0 -0,6	-416,0 -0,6	-536,5 -2,3	-609,0 -0,4
14	-520,5 -0,7	-570,6 -0,8	-551,1 -1,0	-415,4 -0,3	-530,3 -0,6	-609,4 -0,5
15	-520,9 -1,0	-570,5 -0,7	-551,8 -1,3	-414,9 -0,1	-530,3 -0,6	-611,4 -1,1
16	-411,0 65,2 prescr	-515,5 21,0 Grubbs	-525,8 8,0 Grubbs	-545,5 -58,1 prescr	-564,3 -10,1 Grubbs	-603,5 1,3
17	-416,5 61,9 Grubbs	-521,0 18,9 Grubbs	-532,0 5,8 Grubbs	-552,8 -61,3 prescr	-570,5 -11,9 Grubbs	-610,3 -0,8
18	-516,0 2,0	-568,5 0,1	-547,5 0,3	-403,0 5,2 Grubbs	-525,5 0,8	-608,5 -0,2
19	-517,0 1,4	-568,5 0,1	-547,0 0,4	-410,5 1,9	-529,5 -0,4	-605,5 0,7
20	-519,0 0,2	-569,0 -0,1	-547,0 0,4	-416,5 -0,8	-527,0 0,3	-606,0 0,5
21	-520,0 -0,4	-571,5 -1,1	-548,5 -0,1	-416,0 -0,6	-529,5 -0,4	-610,5 -0,8
22	-521,0 -1,0	-570,5 -0,7	-548,5 -0,1	-415,5 -0,3	-529,0 -0,2	-610,0 -0,7
23	-520,5 -0,7	-569,3 -0,2	-550,5 -0,8	-414,5 0,1	-530,3 -0,6	-608,3 -0,2
valore assegnato	-519,3	-568,7	-548,2	-414,8	-528,2	-607,8
s _{RT}	1,7	2,5	2,8	2,3	3,6	3,3
p	20	20	19	18	20	22
u	0,4	0,6	0,6	0,5	--	0,7
sR	2,0	2,7	2,9	2,4	3,6	3,4
sr	1,7	1,3	0,9	1,2	1,1	1,4
R	5,7	7,6	8,0	6,8	10,2	9,6
r	4,6	3,7	2,4	3,5	3,0	4,0
sR relativa %	0,00	0,00	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01
sr relativa %	-0,32%	-0,23%	-0,16%	-0,30%	-0,20%	-0,24%
Percentuale di score soddisfacenti	95%	82%	82%	85%	77%	91%
Percentuale di score dubbi	0%	9%	9%	5%	14%	9%
Percentuale di score insoddisfacenti	5%	9%	9%	10%	9%	0%
n°laboratori che hanno riportato il risultato	22	22	22	22	22	22

L'incertezza di misura del campione 5 non può essere stimata perché i dati presentano una distribuzione multimodale. Media, scarto tipo e ZScore vengono 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
sR scarto tipo di Riproducibilità
sr: scarto tipo di ripetibilità
R: riproducibilità
r: ripetibilità
sR relativa %: scarto tipo di riproducibilità relativo
sr relativa %: scarto tipo di ripetibilità relativo

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



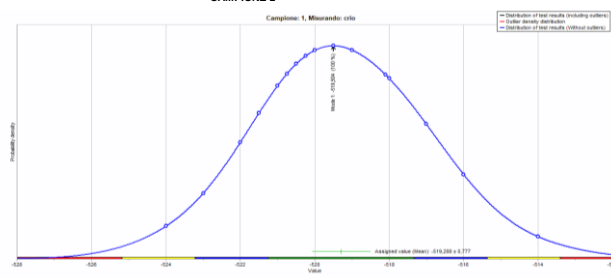
VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA DAL 2013

Sr SR r R
0,9 2,7 2,6 7,6

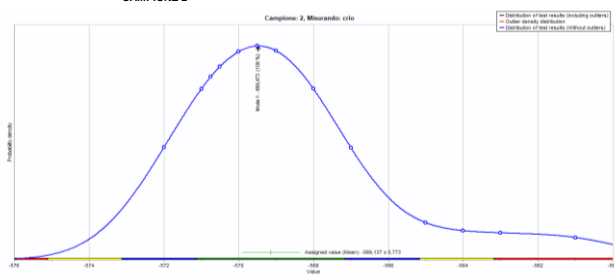


RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO
MAGGIO 2022
DIAGRAMMA DI DENSITA' DI KERNEL

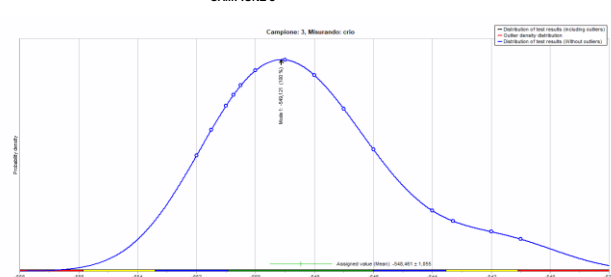
CAMPIONE 1



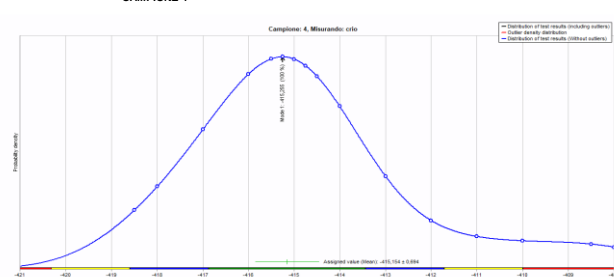
CAMPIONE 2



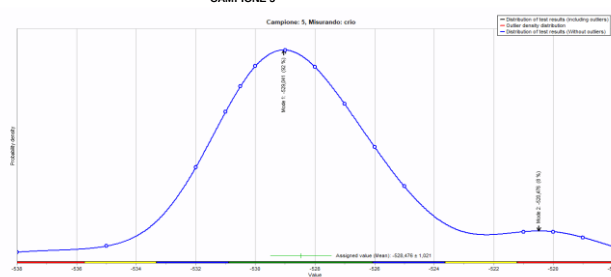
CAMPIONE 3



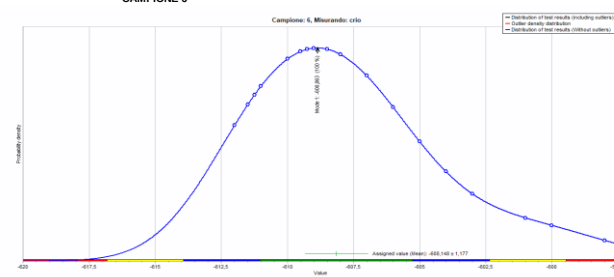
CAMPIONE 4



CAMPIONE 5

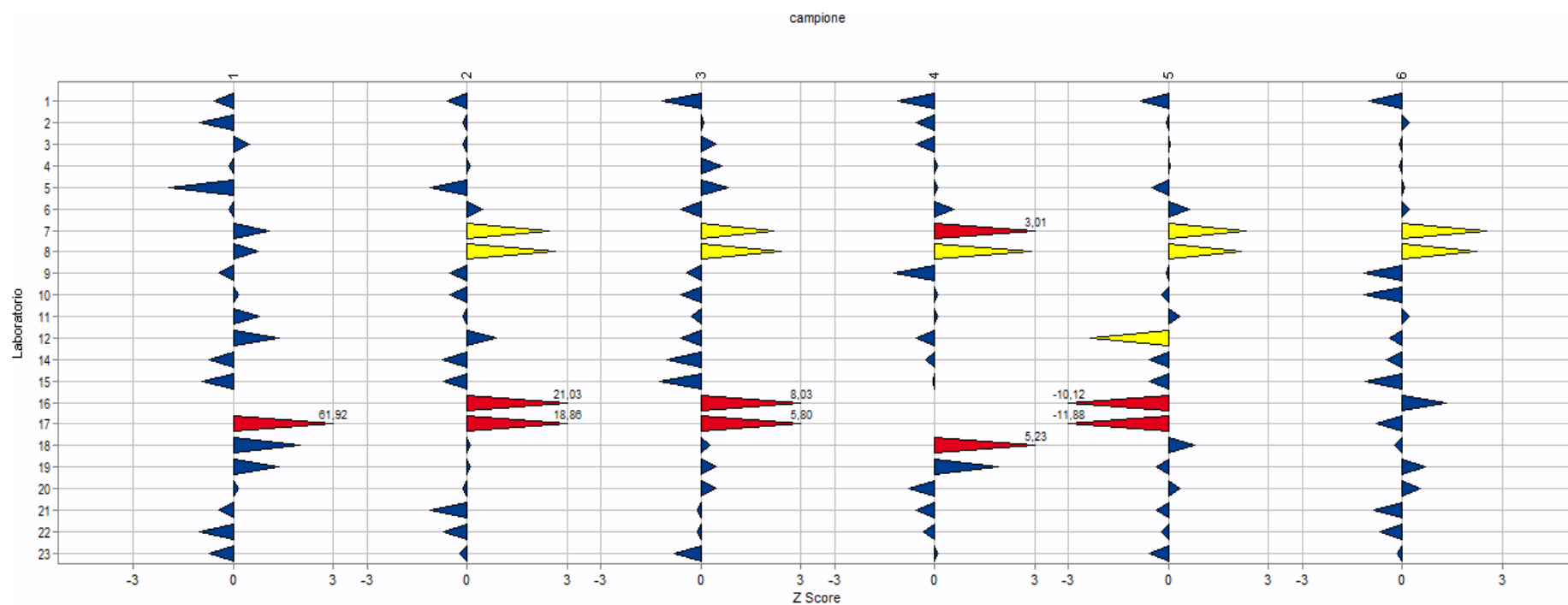


CAMPIONE 6





RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO
MAGGIO 2022
ZSCORE



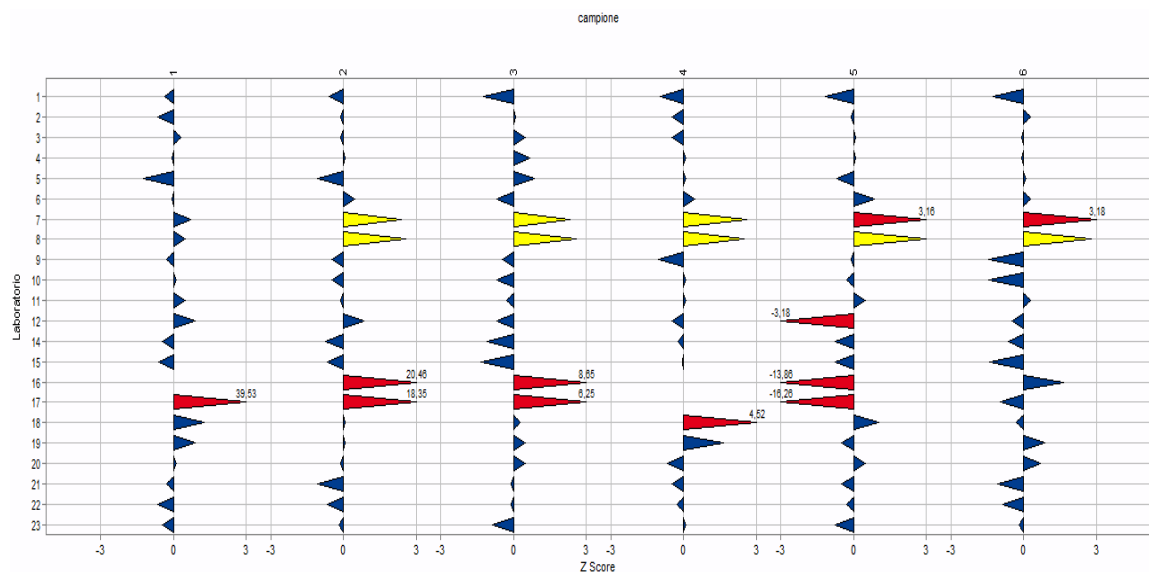
PROLab Plus



RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C) **LATTE VACCINO TERMIZZATO** **MAGGIO 2022** **ZSCORE FISSO (2,60)**



PTP N° 0023 P



LAB	Campione					
	1	2	3	4	5	6
1	-0,37	-0,59	-1,25	-0,96	-1,16	-1,25
2	-0,66	-0,11	0,09	-0,48	-0,11	0,29
3	0,30	-0,11	0,48	-0,48	0,09	-0,09
4	-0,08	0,08	0,67	0,10	0,09	-0,09
5	-1,24	-1,07	0,86	0,10	-0,68	0,10
6	-0,08	0,46	-0,68	0,49	0,86	0,29
7	0,69	2,39	2,34	2,60	3,16	3,18
8	0,47	2,58	2,59	2,51	2,97	2,79
9	-0,28	-0,50	-0,49	-1,05	-0,11	-1,44
10	0,11	-0,50	-0,68	0,10	-0,30	-1,44
11	0,49	-0,11	-0,29	0,10	0,47	0,29
12	0,88	0,85	-0,68	-0,48	-3,18	-0,48
14	-0,47	-0,74	-1,11	-0,24	-0,78	-0,62
15	-0,61	-0,69	-1,35	-0,04	-0,78	-1,39
16	41,65	20,46	8,65	-50,28	-13,86	1,64
17	39,53	18,35	6,25	-53,07	-16,26	-0,96
18	1,26	0,08	0,28	4,52	1,05	-0,28
19	0,88	0,08	0,48	1,64	-0,49	0,87
20	0,11	-0,11	0,48	-0,67	0,47	0,68
21	-0,28	-1,07	-0,10	-0,48	-0,49	-1,05
22	-0,66	-0,69	-0,10	-0,28	-0,30	-0,86
23	-0,47	-0,21	-0,87	0,10	-0,78	-0,19

PROLab Plus



**RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO
MAGGIO 2022**



PTP N° 0023 P

LAB	DIFFERENZA DAL VALORE ASSEGNATO					
	camp 1	camp 2	camp 3	camp 4	camp 5	camp 6
1	-1,0	-1,5	-3,3	-2,5	-3,0	-3,2
2	-1,7	-0,3	0,2	-1,2	-0,3	0,8
3	0,8	-0,3	1,2	-1,2	0,2	-0,2
4	-0,2	0,2	1,7	0,3	0,2	-0,2
5	-3,2	-2,8	2,2	0,3	-1,8	0,3
6	-0,2	1,2	-1,8	1,3	2,2	0,8
7	1,8	6,2	6,1	6,8	8,2	8,3
8	1,2	6,7	6,7	6,5	7,7	7,3
9	-0,7	-1,3	-1,3	-2,7	-0,3	-3,7
10	0,3	-1,3	-1,8	0,3	-0,8	-3,7
11	1,3	-0,3	-0,8	0,3	1,2	0,8
12	2,3	2,2	-1,8	-1,2	-8,3	-1,2
14	-1,2	-1,9	-2,9	-0,6	-2,0	-1,6
15	-1,6	-1,8	-3,5	-0,1	-2,0	-3,6
16	108,3	53,2	22,5	-130,7	-36,0	4,3
17	102,8	47,7	16,2	-138,0	-42,3	-2,5
18	3,3	0,2	0,7	11,8	2,7	-0,7
19	2,3	0,2	1,2	4,3	-1,3	2,3
20	0,3	-0,3	1,2	-1,7	1,2	1,8
21	-0,7	-2,8	-0,3	-1,2	-1,3	-2,7
22	-1,7	-1,8	-0,3	-0,7	-0,8	-2,2
23	-1,2	-0,5	-2,3	0,3	-2,0	-0,5

m diff	st diff	D
-2,42	0,96	2,60
-0,42	0,92	1,01
0,08	0,88	0,88
0,33	0,73	0,80
-0,84	2,11	2,27
0,58	1,39	1,51
6,22	2,37	6,66
6,03	2,39	6,49
-1,67	1,31	2,12
-1,17	1,50	1,90
0,41	0,83	0,93
-1,34	3,85	4,07
-1,71	0,77	1,88
-2,11	1,31	2,48
0,26	0,07	0,27
-0,13	0,07	0,15
-0,05	0,04	0,06
0,00	0,00	0,01
0,04	0,05	0,07
0,09	0,02	0,09
0,01	0,05	0,05
-0,05	0,18	0,19

ORDINAMENTO LABORATORI			
ORD	LAB	D	%
1	19	0,01	5%
2	22	0,05	9%
3	18	0,06	14%
4	20	0,07	18%
5	21	0,09	23%
6	17	0,15	27%
7	23	0,19	32%
8	16	0,27	36%
9	4	0,80	41%
10	3	0,88	45%
11	11	0,93	50%
12	2	1,01	55%
13	6	1,51	59%
14	14	1,88	64%
15	10	1,90	68%
16	9	2,12	73%
17	5	2,27	77%
18	15	2,48	82%
19	1	2,60	86%
20	12	4,07	91%
21	8	6,49	95%
22	7	6,66	100%

ORD = ordinamento;

D = distanza euclidiana dall'origine degli assi.

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

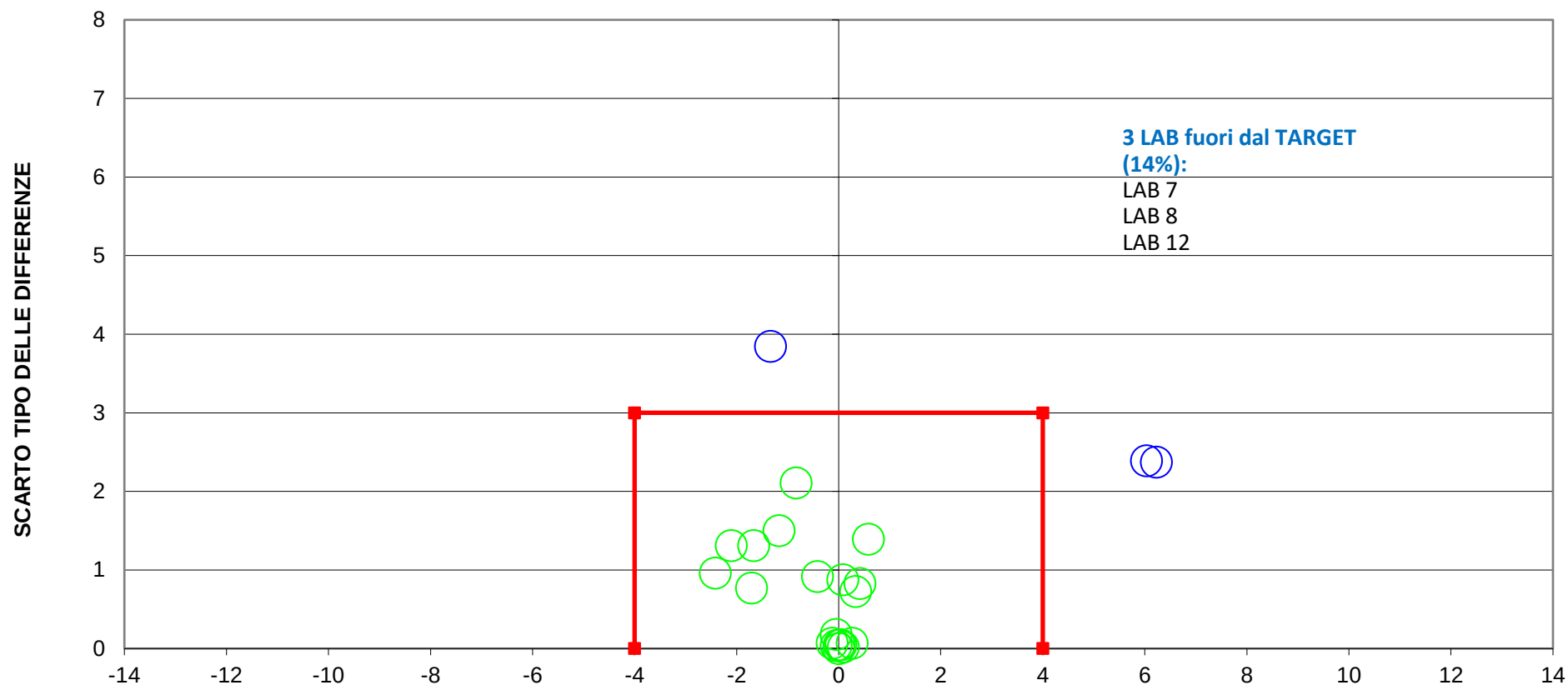
dove m diff = m lab - valore assegnato
st diff = scarto tipo delle differenze



**RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO
MAGGIO 2022**



PTP N° 0023 P



LIMITI DEL TARGET PER LATTE VACCINO $R/2 = \pm 4$ $SR = 3$
limiti stabiliti dalla media progressiva da maggio 2013 al maggio 2018



ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
MAGGIO 2015 - MAGGIO 2022



PTP N° 0023 P

