PTP N° 0023 P

PROGRAMMA

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

RING TEST UREA AGOSTO 2022

RTU 020822

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 del Ring Test…… pag. 4
Elenco laboratori ……. pag. 6
Diagramma di distribuzione di Kernel…… pag. 7
Risultati…….. pag.8
Grafici……..……..……... pag.10

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)

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 10 lotti di latte vaccino crudo scremato. 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 una 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 $s^* < 1.2 s_{RT}$
   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: $s_{RT} = \sqrt{s_{R(RT)}^2 - s_{r(RT)}^2/2}$ 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:

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

x_i = media del campione i_{esimo}
x_{RTi} =valore assegnato del campione i_{esimo}
s_{RTi} = 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.

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:

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

s_{RT}= 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 $u(x)<0,3*s_{RT}$.
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.

PTP N° 0023 P

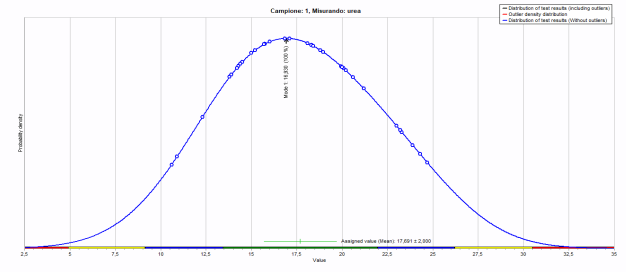
ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

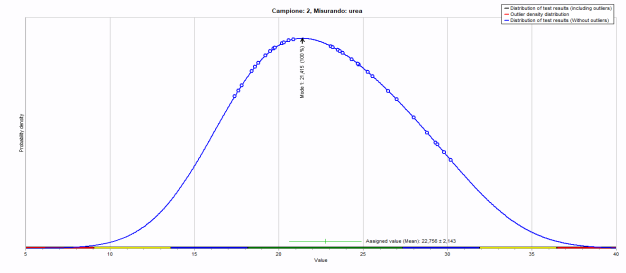
ELENCO ALFABETICO DEI LABORATORI PARTECIPANTI
RING TEST UREA AGOSTO 2022

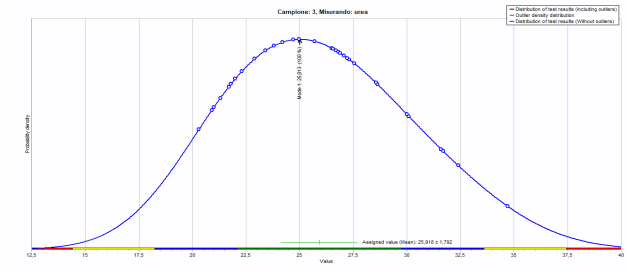
ASS.ALLEVATORI FRIULI VENEZIA GIULIA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI LOMBARDIA - CREMA
ASS.REGIONALE ALLEVATORI PIEMONTE - CUNEO
ASS.REGIONALE ALLEVATORI VENETO - PADOVA
IST. ZOOPROFILATTICO PALERMO
LAB. ANALISI LATTE AGENZIA LAORE
SGR SCIENTIFIC LIMITED

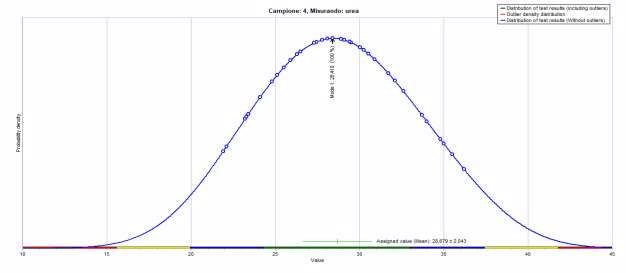
Laboratori partecipanti	7
Sessioni di lavoro per IR	14
Sessioni di lavoro per pHmetria	3
Sessioni di lavoro metodo enzimatico	1
Invio dei campioni	02 Agosto 2022
Data indicata per l'invio dei risultati	11 Agosto 2022
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	57%
Ultimi risultati ricevuti	23 Agosto
Data emissione elaborato del Ring Test	26 Agosto 2022
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	24
Coordinatore	Maria Elena Cecchini
Responsabile emissione	A. Fontana

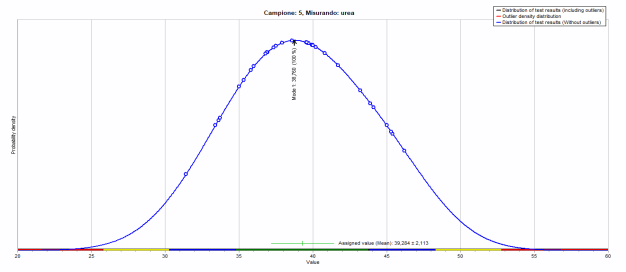
DIAGRAMMA DI DENSITA' DI KERNEL

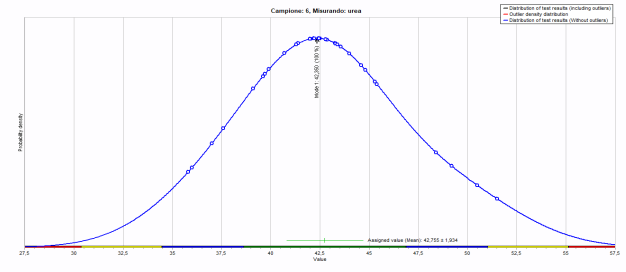


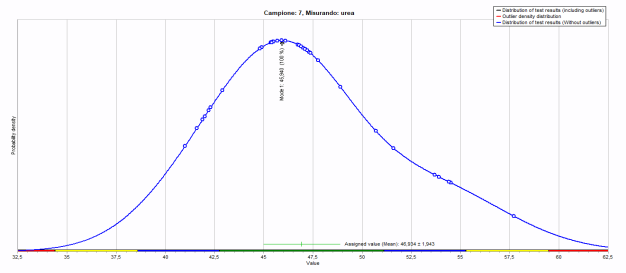


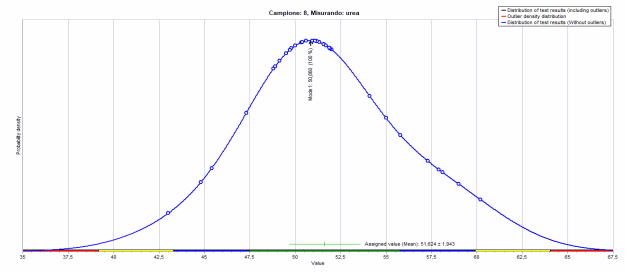


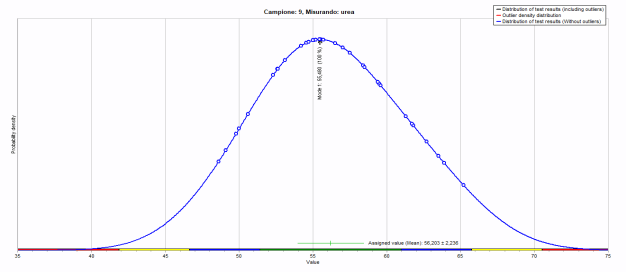


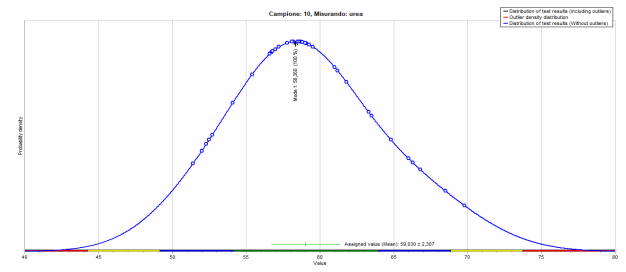












RING TEST UREA AGOSTO 2022
CONTENUTO IN UREA mg/dl

PTP N° 0023 P

RISULTATI

	1	ZS1	Outlier	2	ZS2	Outlier	3	ZS3	Outlier	4	ZS4	Outlier	5	ZS5	Outlier	6	ZS6	Outlier	7	ZS7	Outlier	8	ZS8	Outlier	9	ZS9	Outlier	10	ZS10	Outlier
2	18,46	0,20		24,71	0,49		28,60	0,81		30,39	0,42		39,96	0,17		42,22	-0,15		45,46	-0,42		49,47	-0,57		52,61	-0,84		56,86	-0,50	
3	20,01	0,61		25,42	0,66		27,40	0,46		28,91	0,05		39,65	0,09		43,47	0,16		47,16	-0,01		51,75	0,01		55,05	-0,28		58,56	-0,14	
4	20,11	0,64		23,70	0,24		26,63	0,24		29,56	0,21		39,64	0,09		42,34	-0,12		47,19	-0,01		51,41	-0,07		55,32	-0,22		58,91	-0,06	
5	15,20	-0,65		20,25	-0,63		23,60	-0,64		26,90	-0,46		37,70	-0,39		40,95	-0,47		46,95	-0,06		51,40	-0,08		54,85	-0,32		57,10	-0,45	
6	15,05	-0,69		19,90	-0,71		23,05	-0,80		25,50	-0,81		36,85	-0,60		39,65	-0,79		45,10	-0,51		49,60	-0,54		53,65	-0,60		57,30	-0,41	
7	23,75	1,59		29,10	1,58		**28,35**	0,74	Cochran	35,60	1,73		45,75	1,58		51,00	2,02		55,80	2,06		59,60	2,02		64,55	1,91		69,15	2,14	
8	10,75	-1,81		17,60	-1,29		20,80	-1,45		22,60	-1,54		33,55	-1,40		35,90	-1,72		42,15	-1,22		48,85	-0,73		50,20	-1,40		51,70	-1,61	
9	15,60	-0,54		19,55	-0,80		25,80	0,00		30,15	0,36		40,50	0,30		41,35	-0,37		46,40	-0,19		50,05	-0,42		57,50	0,29		59,00	-0,04	
10	15,80	-0,49		21,40	-0,34		25,50	-0,09		**28,45**	-0,07	Cochran	**39,25**	-0,01	Cochran	45,00	0,53		47,50	0,07		53,90	0,56		58,95	0,62		61,50	0,50	
12	23,15	1,43		29,55	1,69		32,00	1,80		34,75	1,51		45,20	1,45		48,80	1,47		54,05	1,64		57,70	1,53		63,10	1,58		66,55	1,58	
13	24,30	1,73		29,10	1,58		31,65	1,70		34,25	1,39		45,20	1,45		48,80	1,47		54,45	1,74		58,00	1,61		61,55	1,22		65,40	1,33	
14	14,65	-0,79		17,90	-1,21		21,35	-1,29		22,65	-1,52		34,35	-1,21		38,35	-1,11		42,05	-1,24		45,15	-1,67		51,15	-1,18		53,40	-1,25	
15	13,05	-1,21		19,15	-0,90		21,35	-1,29		23,75	-1,25		32,50	-1,66		37,30	-1,37		41,95	-1,26		45,10	-1,68		48,85	-1,71		52,40	-1,46	
19	18,64	0,25		23,92	0,29		27,19	0,40		28,25	-0,12		39,08	-0,05		42,69	-0,04		46,33	-0,21		51,38	-0,08		54,37	-0,44		57,95	-0,27	
20	16,30	-0,36		20,32	-0,61		24,39	-0,41		27,61	-0,28		37,13	-0,53		42,73	-0,03		47,25	0,01		50,84	-0,22		57,26	0,23		59,39	0,04	
21	20,90	0,84		26,75	1,00		30,05	1,23		32,15	0,86		44,00	1,16		44,65	0,45		51,15	0,95		54,55	0,73		60,55	0,99		63,40	0,90	
22	18,35	0,18		23,20	0,11		26,10	0,09		29,30	0,15		40,85	0,38		**42,75**	-0,02	Cochran	43,55	-0,88		51,55	-0,04		57,65	0,32		58,80	-0,08	
23	14,05	-0,95		18,10	-1,16		23,15	-0,77		25,90	-0,71		35,90	-0,83		43,05	0,05		45,30	-0,46		50,30	-0,36		55,50	-0,17		58,15	-0,22	
valore assegnato	17,67			22,76			25,80			28,72			39,28			42,84			47,21			51,70			56,26			59,20		
s_{RT}	3,83			4,01			3,45			3,99			4,08			4,05			4,16			3,92			4,34			4,65		
p	18			18			17			17			17			17			18			18			18			18		
u	0,90			0,95			0,84			0,97			0,99			0,98			0,98			0,92			1,02			1,10		
sR	3,86			4,05			3,486			4,01			4,10			4,07			4,25			3,99			4,40			4,71		
sr	0,68			0,85			0,76			0,66			0,60			0,63			1,18			1,06			1,00			1,06		
R	10,80			11,35			9,76			11,23			11,49			11,39			11,89			11,17			12,31			13,19		
r	1,89			2,39			2,12			1,85			1,69			1,76			3,29			2,97			2,81			2,97		
sR relativa %	21,82%			17,82%			0,14			13,97%			10,45%			9,50%			8,99%			7,71%			7,81%			7,96%		
sr relativa %	3,83%			3,75%			0,03			2,30%			1,53%			1,47%			2,49%			2,05%			1,78%			1,79%		
Percentuale di score soddisfacenti	100%			100%			100%			100%			100%			94%			94%			94%			100%			94%		
Percentuale di score dubbi	0%			0%			0%			0%			0%			6%			6%			6%			0%			6%		
Percentuale di score insoddisfacenti	0%			0%			0%			0%			0%			0%			0%			0%			0%			0%		
n°laboratori che hanno riportato il risultato	18			18			18			18			18			18			18			18			18			18		

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<|zs|< 3

Z SCORE |ZS|≥3

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA DI RIPRODUCIBILITA' E RIPETIBILITA' DA FEBBRAIO 2008

sr	r	sR	R
0,81	2,26	3,72	10,43

RING TEST UREA AGOSTO 2022
CONTENUTO IN UREA mg/dl

PTP N° 0023 P

COD	DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO										m diff	st diff	D
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
2	0,78	1,95	2,80	1,67	0,68	-0,62	-1,75	-2,23	-3,65	-2,34	-0,27	2,16	2,18
3	2,34	2,66	1,60	0,19	0,37	0,63	-0,05	0,05	-1,21	-0,64	0,59	1,25	1,38
4	2,43	0,94	0,83	0,84	0,35	-0,50	-0,02	-0,29	-0,94	-0,29	0,34	0,97	1,03
5	-2,47	-2,51	-2,20	-1,82	-1,58	-1,89	-0,26	-0,30	-1,41	-2,10	-1,65	0,80	1,84
6	-2,62	-2,86	-2,75	-3,22	-2,43	-3,19	-2,11	-2,10	-2,61	-1,90	-2,58	0,45	2,62
7	6,08	6,34	2,55	6,88	6,47	8,16	8,59	7,90	8,29	9,96	7,12	2,01	7,40
8	-6,92	-5,16	-5,00	-6,12	-5,73	-6,94	-5,06	-2,85	-6,06	-7,50	-5,73	1,33	5,88
9	-2,07	-3,21	0,00	1,43	1,22	-1,49	-0,81	-1,65	1,24	-0,20	-0,55	1,57	1,67
10	-1,87	-1,36	-0,30	-0,27	-0,03	2,16	0,29	2,20	2,69	2,31	0,58	1,64	1,74
12	5,48	6,79	6,20	6,03	5,92	5,96	6,84	6,00	6,84	7,36	6,34	0,58	6,37
13	6,63	6,34	5,85	5,53	5,92	5,96	7,24	6,30	5,29	6,21	6,13	0,55	6,15
14	-3,02	-4,86	-4,45	-6,07	-4,93	-4,49	-5,16	-6,55	-5,11	-5,80	-5,04	0,98	5,14
15	-4,62	-3,61	-4,45	-4,97	-6,78	-5,54	-5,26	-6,60	-7,41	-6,80	-5,60	1,24	5,74
19	0,96	1,16	1,39	-0,47	-0,21	-0,15	-0,88	-0,32	-1,89	-1,25	-0,17	1,07	1,08
20	-1,38	-2,44	-1,41	-1,11	-2,16	-0,11	0,04	-0,86	1,00	0,20	-0,82	1,09	1,37
21	3,23	3,99	4,25	3,43	4,72	1,81	3,94	2,85	4,29	4,21	3,67	0,86	3,77
22	0,68	0,44	0,30	0,58	1,57	-0,09	-3,66	-0,15	1,39	-0,40	0,07	1,45	1,46
23	-3,62	-4,66	-2,65	-2,82	-3,38	0,21	-1,91	-1,40	-0,76	-1,05	-2,20	1,49	2,66

ORD	COD	D	%
1	4	1,03	6
2	19	1,08	11
3	20	1,37	17
4	3	1,38	22
5	22	1,46	28
6	9	1,67	33
7	10	1,74	39
8	5	1,84	44
9	2	2,18	50
10	6	2,62	56
11	23	2,66	61
12	21	3,77	67
13	14	5,14	72
14	15	5,74	78
15	8	5,88	83
16	13	6,15	89
17	12	6,37	94
18	7	7,40	100

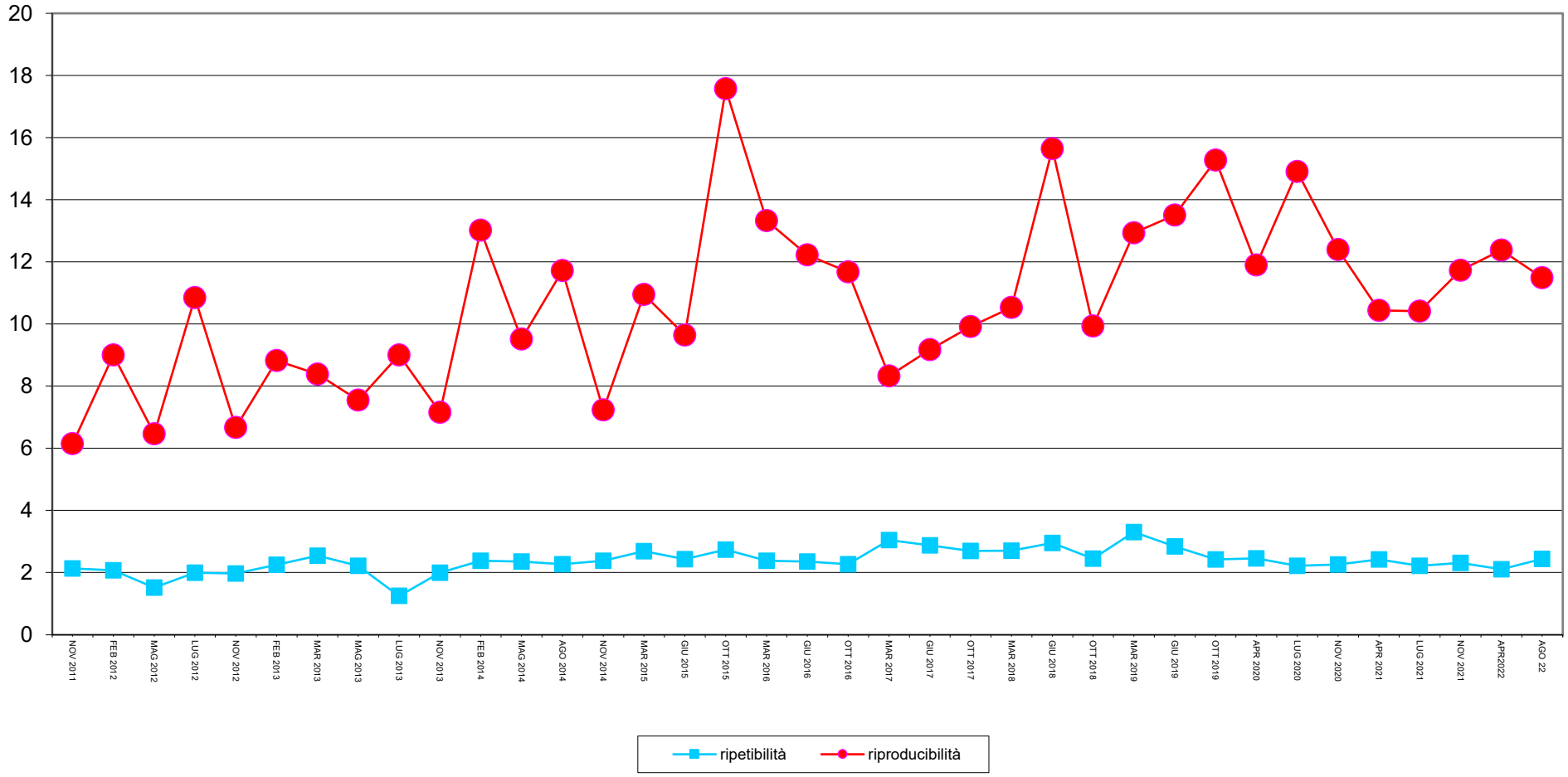
ORD = ordinamento;
D = distanza euclidiana dall'origine degli assi.

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

dove **m diff** = m lab - valore di riferimento;
st diff= scarto tipo delle differenze

ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST UREA
DA NOVEMBRE 2011 AD AGOSTO 2022

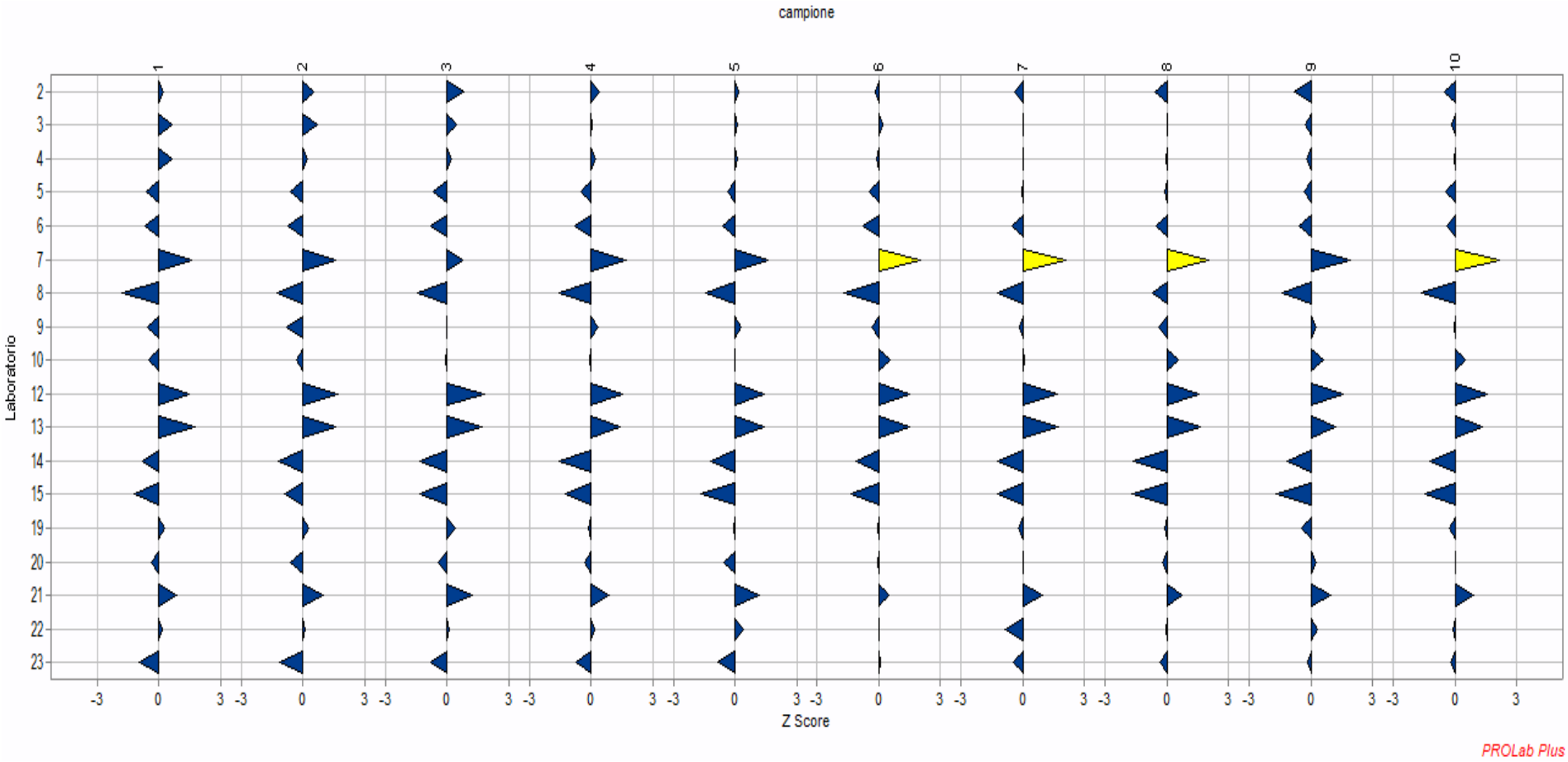
PTP N° 0023 P



RING TEST UREA AGOSTO 2022
CONTENUTO IN UREA mg/dl

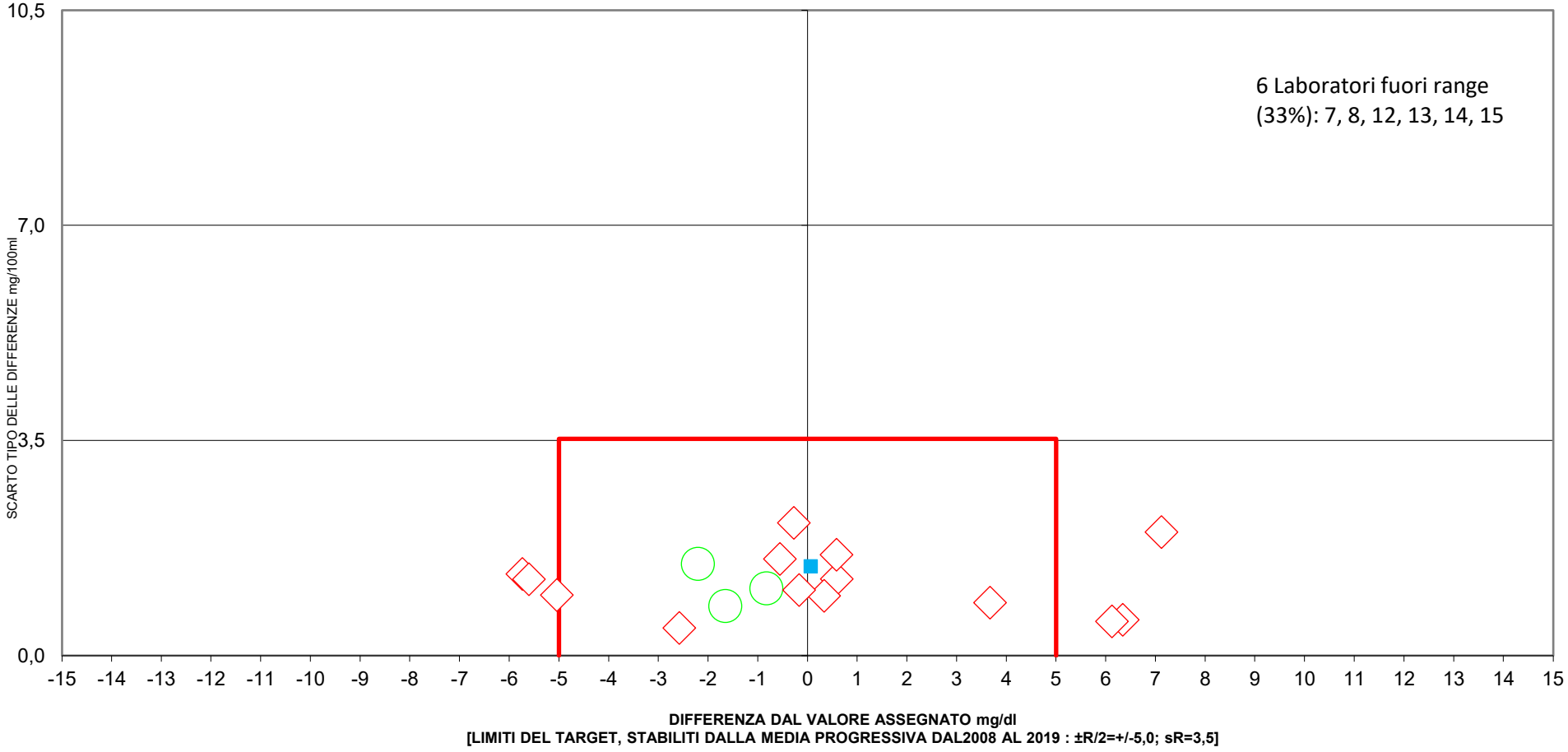
PTP N° 0023 P

ZSCORE



RING TEST UREA AGOSTO 2022
CONTENUTO IN UREA mg/dl

PTP N° 0023 P



○ pHmetria differenziale
◇ IR
■ enzimatico