

PROGRAMMA

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

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT

MAGGIO / MAY 2024

RTCR 070524

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/INDEX

Indice / Index.....	pag. 2
Norme e documenti di riferimento / Standards and reference documents	pag. 3
Guida all'interpretazione del Ring Test / Ring Test guidelines.....	pag. 4
Elenco laboratori / List of Participants.....	pag. 8
Risultati/Results.....	pag. 9
Diagramma di distribuzione di Kernell/Kernell distribution.....	pag.10
Grafici/Graphs.....	pag.11

NORME E DOCUMENTI DI RIFERIMENTO / STANDARDS AND REFERENCE DOCUMENTS

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 / Laboratorio Standard Latte - Associazione Italiana Allevatori - operates in organizing and processing proficiency test according and conforming to the:

- ✓ ISO 5725 – 2:2019 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 2;
- ✓ ISO 13528:2022 – 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 / *The Lab manager*
(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 6 lotti di latte bovino intero crudo in provette da 30 ml. A ciascun campione è stato aggiunto il conservante Bronopol 0.04%

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%. 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.

RING TEST GUIDELINES

This Proficiency Test (Ring Test) aims to evaluate the performance of the participating laboratories in compliance with the UNI CEI EN ISO/IEC 17043 standard.

Laboratorio Standard Latte (LSL) is accredited as a proficiency testing provider (PTP) by Accredia, with code PTP N°0023P.

All information held by Laboratorio Standard Latte on the participants is confidential and will not be disclosed to anyone unless explicitly agreed with the participant.

This Ring Test was performed on 6 batches of raw cow milk stored in a 30 ml vial. Bronopol 0.04% preservative was added to each sample.

Each batch was successfully verified for homogeneity and stability in accordance with ISO 13528 - Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons.

The unimodal distribution of the results was verified through the Kernel density diagram. The data has a unimodal distribution when the peak area is equal to or greater than 95%. If this requirement is not satisfied and the distribution is multimodal, the measurement uncertainty is not calculated and the mean, standard deviation and zscore values are provided for information only.

Participating laboratories are identified by a unique code which was previously communicated by e-mail.

The evaluation of the laboratory performance is calculated on the average of the replicates. Outlier laboratories were evaluated by Cochran's and Grubbs' test.

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 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:

Before proceeding with the calculation of outliers, when necessary, the laboratory data for a sample, are eliminated if the difference from the mean of all the results is equal to 3 times the standard deviation (pre-scrutinization).

All outliers are highlighted in bold.

ASSIGNED VALUE

The assigned value is represented by the average of the results excluding outliers.

The standard deviation of the Ring Test is the standard deviation of the laboratory results excluding outliers.

In case of the number of participants is less than 12 ($p < 12$) a descriptive statistic is performed and the evaluation of the performance of the participating laboratory cannot be provided.

In this case will be provided only:

- The mean as assigned value
- Standard deviation of the results

PERFORMANCE INDICATORS: Z-SCORE AND EUCLIDIAN DISTANCE D

The Z score (zs) of each sample is calculated:

$$ZS = (X_i - X_{RTi}) / S_{RTi}$$

X_i = mean value of the sample

X_{RTi} = assigned value of the sample

S_{RTi} = Standard deviation of the sample

The zs must be used by the participating laboratory to evaluate its performance in the Ring Test carried out:

$|zs| \leq 2$ Soddisfacente

$2 < |zs| < 3$ Dubbio

$|zs| \geq 3$ Insoddisfacente

$|zs| \leq 2$ Satisfying

$2 < |zs| < 3$ Doubt

$|zs| \geq 3$ Unsatisfactory

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

On the report, doubtful zs values are highlighted in orange, unsatisfactory ones in red.

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 2022.

Laboratorio Standard Latte, where possible, also provides the fixed zs value, calculated by the fixed standard deviation resulting from the averages of the variances of the standard deviations of the previous Ring tests up to 2022.

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.

Fixed zs value allows to participants laboratory to monitor their own performance over time (it has no evaluation purpose for the PT).

I valori di st fisso, per il ring test Crioscopia, stabiliti per l'anno in corso sono:

The Fixed Standard deviation values for the Freezing Point Ring Test for the following year are:

crioscopia 2.60 m°C

Freezing point 2.60 m°C

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

The Euclidian distance D indicates how much the analytical result differs from the assigned value. it is calculated as:

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

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

m diff = la media aritmetica delle singole differenze

mdiff: average of the differences from the assigned value

st diff= lo scarto tipo delle differenze

stdiff: standard deviation of the differences from the assigned value.

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

The D value can be used to evaluate its own performance by comparison with the other participants.

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

If the number of samples is less than 3, the D is not calculated.

INCERTEZZA DI MISURA

MEASUREMENT UNCERTAINTY

L'incertezza di misura $u(x)$ per campione viene

The measurement uncertainty $u(x)$ per sample

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 della media, della deviazione standard e 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.

is calculated according to the following formula:

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

s_{RT} = Ring Test standard deviation

p = number of useful observations

The measurement uncertainty is published in the final report only if it exceeds the acceptability criterion $u(x) < 0.3 * s_{RT}$.

If the acceptability criterion is not respected, the assigned value is not reliable and an evaluation of the laboratories for the parameter concerned cannot be provided. In this case, the mean, the standard deviation and the z score value is provided for information only.

In case the distribution of the results is not unimodal or $p < 12$, the measurement uncertainty cannot be evaluated.

ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI / LIST OF PARTICIPANTS

AIA-BENEVENTO
 ARA BASILICATA
 ARA LOMBARDIA
 ARA PIEMONTE
 ARA VENETO
 ARIETE FATTORIA LATTE SANO SPA
 AURICCHIO SPA
 C.I.A. LAB SRL
 CAS. SOCIALE MANCIANO
 CASEIFICIO VILLA SRL
 CENTRALE DEL LATTE D' ITALIA -TO
 CORFILAC
 LATTEALBERTI SRL
 LATTERIA SORESINA

Laboratori partecipanti / <i>Number of participating laboratories</i>	14
Invio dei campioni / <i>Shipping date of the samples</i>	07/05/2024
Data indicata per l'invio dei risultati / <i>Dates to send the results</i>	16/05/2024
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati / <i>% of results arrived on time</i>	96%
Ultimi risultati ricevuti / <i>Last results received on</i>	20/05/2024
Data emissione elaborato del Ring Test / <i>Dates for the publication of the report</i>	24/05/2024
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione / <i>Amount of days per elaboration</i>	17
Coordinatore / <i>Coordinator</i>	Angelica Di Giovenale
Responsabile emissione / <i>Manager</i>	Annunziata Fontana

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C) LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT MAGGIO/MAY 2024

RISULTATI/RESULTS

LAB	1	ZS1	Outlier	2	ZS2	Outlier	3	ZS2	Outlier	4	ZS2	Outlier	5	ZS2	Outlier	6	ZS3	Outlier
1	—			-515,9	-0,1		-529,3	0,4		-550,2	-0,2		-572,2	0,5		-607,7	0,5	
2	-452,0	-17,5	Grubbs	-562,0	-23,5	prescr	-579,0	-27,6	prescr	-600,0	-23,3	prescr	-623,0	-18,6	Grubbs	-660,5	-15,1	Grubbs
3	-414,0	-1,9		-515,5	0,1		-528,0	1,1		-546,0	1,7		-568,0	2,1		-601,0	2,5	
5	-412,5	-1,3		-519,0	-1,7		-533,0	-1,7		-553,0	-1,6		-575,0	-0,5		-612,0	-0,8	
6	-411,5	-0,9		-515,3	0,3		-529,8	0,1		-549,3	0,2		-573,0	0,2		-609,8	-0,1	
7	-409,5	-0,1		-512,0	1,9		-528,5	0,8		-548,3	0,6		-571,0	1,0		-609,5	0,0	
8	-408,5	0,4		-516,5	-0,4		-531,0	-0,6		-550,0	-0,2		-577,0	-1,3		-612,0	-0,8	
9	413,5	337,8	prescr	520,5	525,7	prescr	532,8	597,7	prescr	555,3	512,0	prescr	579,3	433,2	prescr	614,0	362,7	prescr
11	-411,5	-0,9		-517,0	-0,6		-530,5	-0,3		-551,0	-0,6		-575,5	-0,7		-610,5	-0,3	
12	-410,0	-0,3		-512,5	1,6		-527,0	1,6		-545,0	2,2		-571,0	1,0		-604,5	1,5	
13	-405,4	1,6		-511,5	2,2		-526,2	2,1		-546,0	1,7		-569,8	1,4		-605,0	1,3	
14	-407,5	0,8		-517,0	-0,6		-530,5	-0,3		-548,5	0,5		-572,0	0,6		-613,0	-1,1	
15	-463,5	-22,2	prescr	-501,5	7,2	Grubbs	-505,5	13,7	Grubbs	-512,0	17,4	Grubbs	-519,0	20,5	prescr	-534,0	22,4	prescr
16	-408,8	0,2		-514,3	0,8		-529,5	0,2		-550,8	-0,5		-577,0	-1,3		-612,0	-0,8	
17	406,5	334,8	prescr	509,0	519,9	prescr	525,5	593,6	prescr	543,5	506,6	prescr	570,0	429,7	prescr	604,5	359,9	prescr
18	-410,0	-0,3		-516,5	-0,4		-529,0	0,5		-551,0	-0,6		-572,0	0,6		-607,5	0,6	
19	-404,0	2,2		-517,0	-0,6		-531,0	-0,6		-552,5	-1,3		-577,0	-1,3		-615,0	-1,6	
20	-408,0	0,6		-517,5	-0,9		-531,5	-0,9		-549,5	0,1		-574,0	-0,2		-608,0	0,4	
21	-411,8	-1,0		-517,8	-1,0		-530,3	-0,2		-549,0	0,3		-576,0	-0,9		-610,8	-0,4	
22	-409,5	-0,1		-516,5	-0,4		-530,5	-0,3		-550,5	-0,4		-577,0	-1,3		-610,5	-0,3	
23	-408,0	0,6		-515,5	0,1		-533,3	-1,9		-551,0	-0,6		-574,8	-0,4		-613,0	-1,1	
24	-409,5	-0,1		-516,0	-0,1		-530,5	-0,3		-550,5	-0,4		-572,5	0,4		-609,0	0,1	
25	-408,5	0,4		-516,0	-0,1		-529,5	0,2		-551,5	-0,9		-573,0	0,2		-609,0	0,1	
valore assegnato/ assigned value	-409,4			-515,7			-529,9			-549,7			-573,6			-609,5		
s _{RT}	2,4			2,0			1,8			2,2			2,7			3,4		
p	18			19			19			19			19			19		
u	0,6			0,5			0,4			0,5			0,6			0,8		
sR	2,6			2,0			1,9			2,3			2,7			3,4		
sr	1,1			0,7			1,0			1,1			0,9			0,9		
R	7,2			5,7			5,4			6,4			7,6			9,6		
r	3,2			1,9			2,9			3,1			2,4			2,6		
sR relativa % / relative sR %	0,6%			0,4%			0,4%			0,4%			0,5%			0,6%		
sr relativa % / relative sr %	0,3%			0,1%			0,2%			0,2%			0,1%			0,2%		
% zs soddisfacenti / % zs satisfying	89%			90%			82%			90%			90%			90%		
% zs dubbi / % zs doubt	5%			5%			5%			5%			5%			5%		
% zs insoddisfacenti / % zs unsatisfactory	5%			5%			14%			5%			5%			5%		
n°laboratori che hanno riportato il risultato / n° of laboratories	22			23			23			23			23			23		

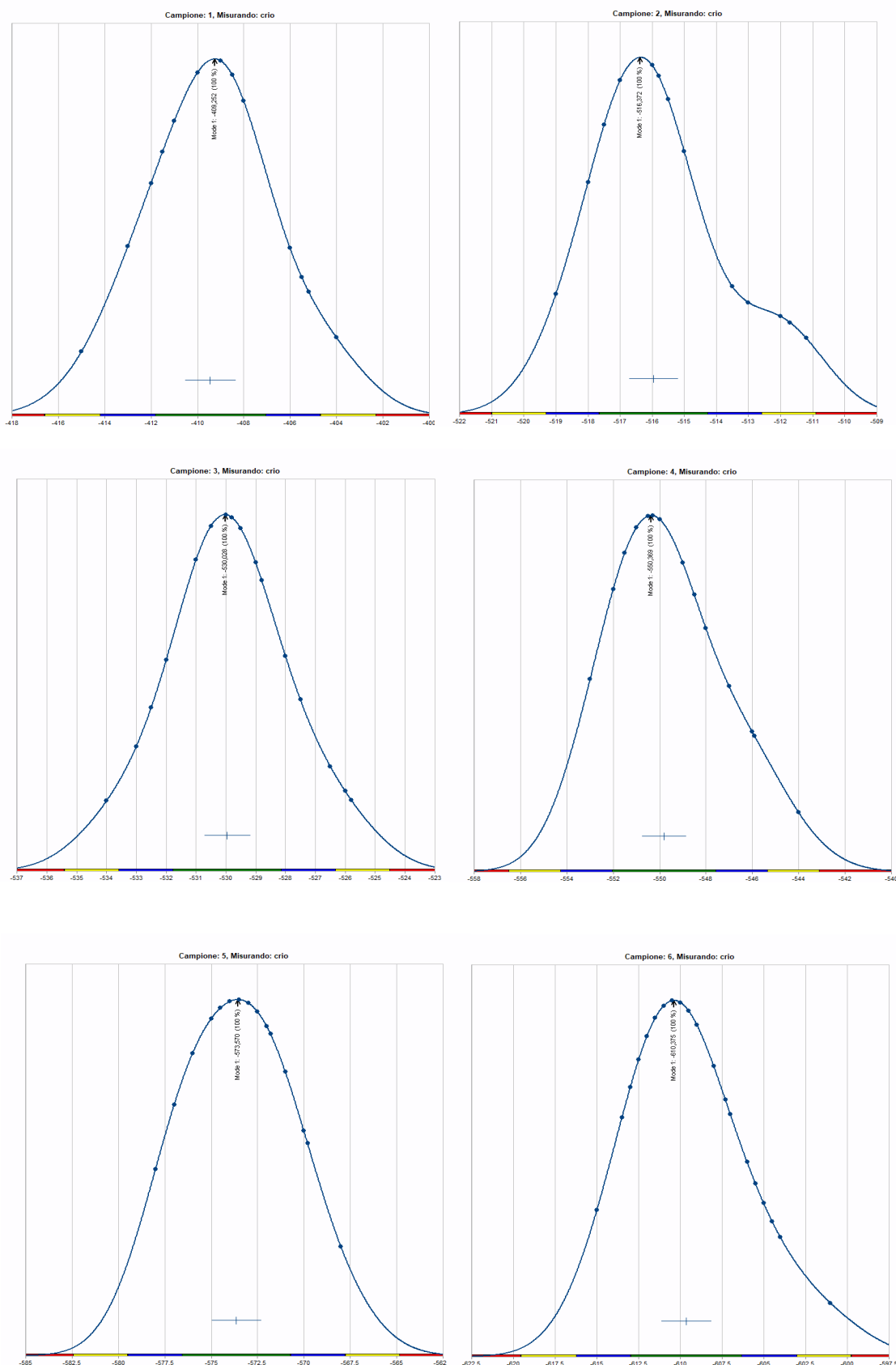
Legenda:

sRT	scarto tipo del Ring Test/ standard deviation of the Ring Test
p:	numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica / number of useful observations
u:	incertezza di misura / measurement uncertainty
sR	scarto tipo di Riproducibilità / Reproducibility standard deviation
sr:	scarto tipo di ripetibilità /repeatability standard deviation
R	riproducibilità / Reproducibility
r:	ripetibilità / repeatability
sR relativa %:	scarto tipo di riproducibilità relativo / relative reproducibility standard deviation
sr relativa %:	scarto tipo di ripetibilità relativo / relative repeatability standard deviation
—	dato mancante / missing value
Z SCORE 2< zs < 3	
Z SCORE ZS ≥3	

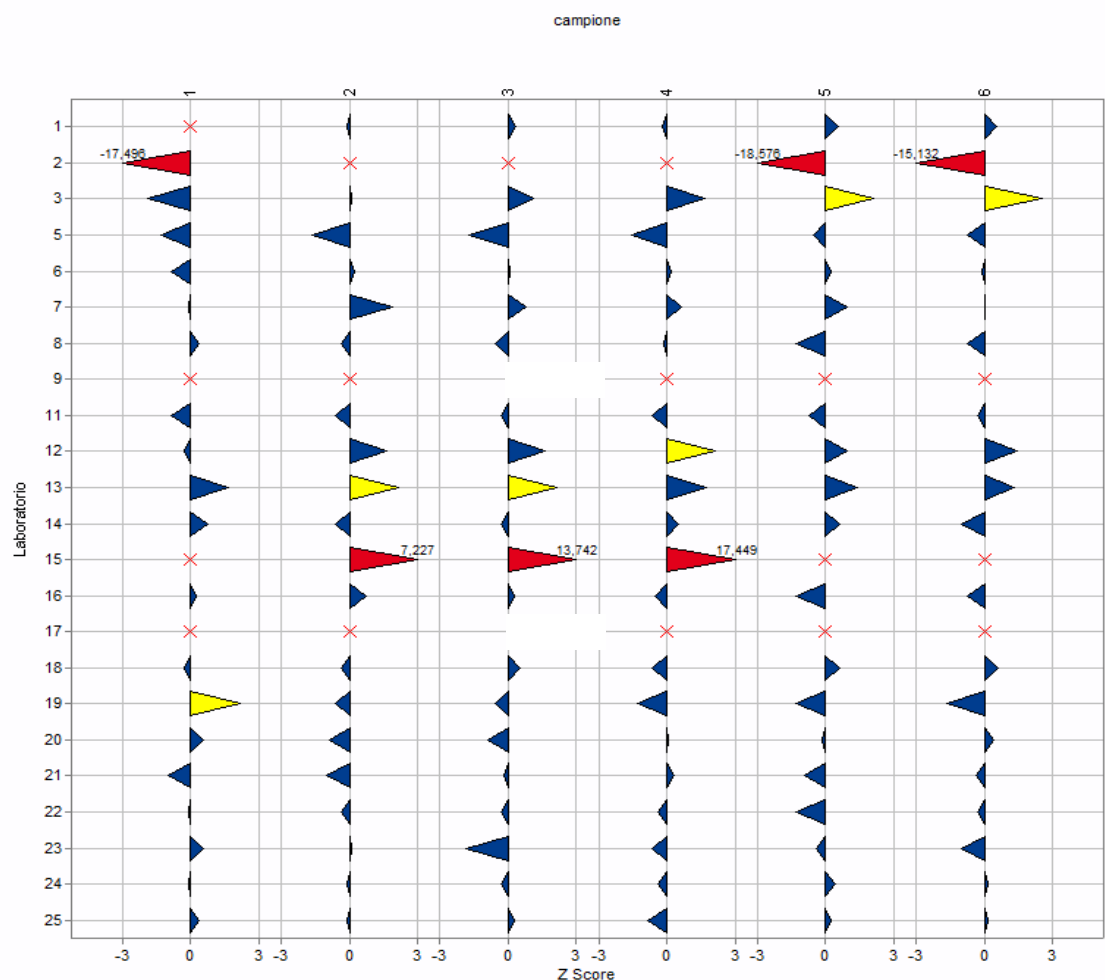
VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA DAL 2013

Sr	SR	r	R
0,9	2,7	2,6	7,5

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT
MAGGIO/MAY 2024
DIAGRAMMA DI DENSITA' DI KERNEL/KERNEL DENSITY DIAGRAM

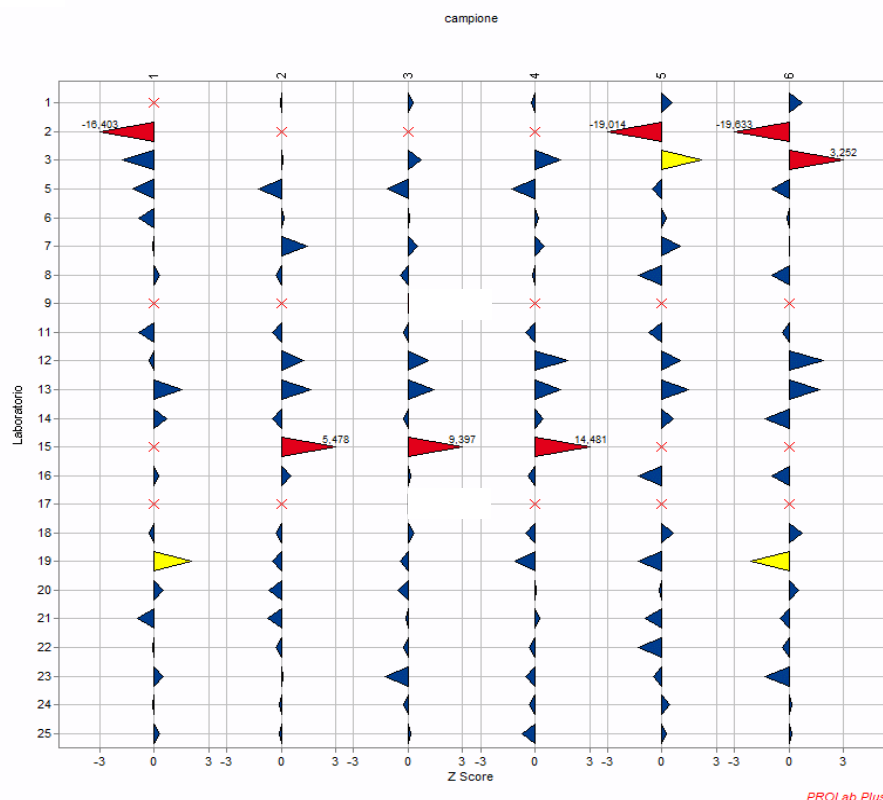


RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C) LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT MAGGIO/MAY 2024 ZSCORE



PROLab Plus

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C) LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT MAGGIO/MAY 2024 ZSCORE FISSO (2,60)

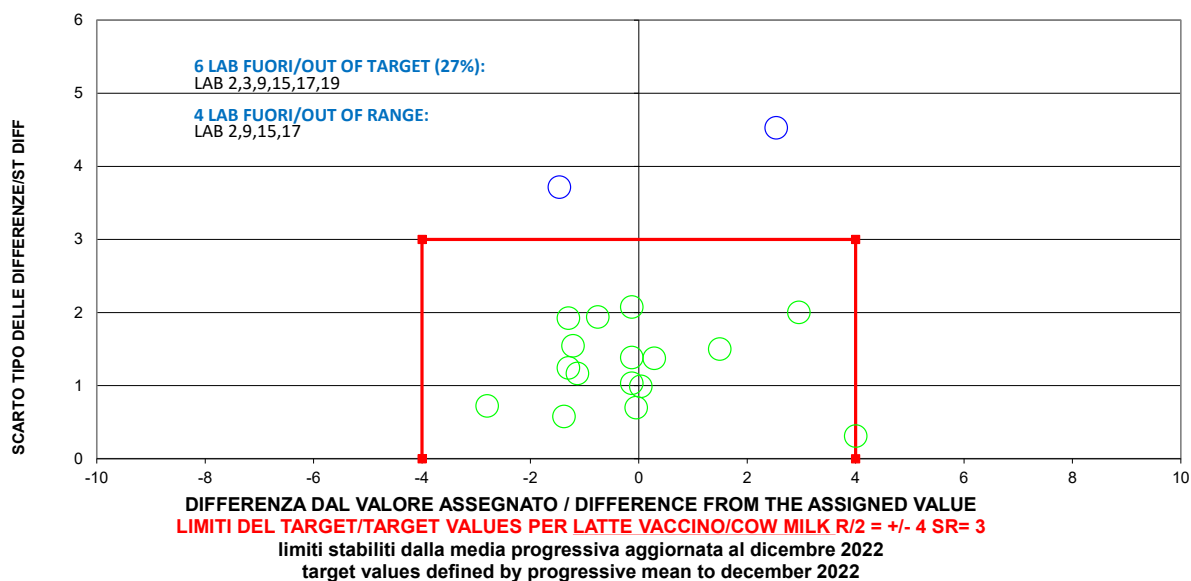


Campione/Sample						
LAB	1	2	3	4	5	6
1	--	-0,06	0,24	-0,19	0,54	0,69
2	-16,40	-17,79	-18,87	-19,37	-19,01	-19,63
3	-1,79	0,09	0,74	1,40	2,14	3,25
5	-1,21	-1,25	-1,18	-1,29	-0,55	-0,98
6	-0,83	0,19	0,07	0,15	0,22	-0,11
7	-0,06	1,44	0,55	0,54	0,99	-0,02
8	0,33	-0,29	-0,41	-0,14	-1,32	-0,98
9	316,48	398,55	408,72	424,96	443,39	470,56
11	-0,83	-0,48	-0,22	-0,52	-0,75	-0,40
12	-0,25	1,25	1,13	1,79	0,99	1,91
13	1,54	1,65	1,45	1,42	1,45	1,71
14	0,71	-0,48	-0,22	0,44	0,60	-1,36
15	-20,83	5,48	9,40	14,48	20,99	29,02
16	0,23	0,57	0,17	-0,42	-1,32	-0,98
17	313,79	394,13	405,94	420,44	439,83	466,91
18	-0,25	-0,29	0,36	-0,52	0,60	0,75
19	2,06	-0,48	-0,41	-1,10	-1,32	-2,13
20	0,52	-0,68	-0,60	0,06	-0,17	0,56
21	-0,92	-0,77	-0,12	0,25	-0,94	-0,50
22	-0,06	-0,29	-0,22	-0,33	-1,32	-0,40
23	0,52	0,09	-1,28	-0,52	-0,46	-1,36
24	-0,057	-0,099	-0,219	-0,327	0,409	0,175
25	0,328	-0,099	0,166	-0,712	0,217	0,175

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT
MAGGIO/MAY 2024

LAB	DIFFERENZA DAL VALORE ASSEGNATO/DIFFERENCE FROM THE ASSIGNED VALUE						m diff	st diff	D	ORDINAMENTO LABORATORI/LAB RANKING			
	camp 1	camp 2	camp 3	camp 4	camp 5	camp 6				ORD	LAB	D	%
1	--	-0,16	0,63	-0,50	1,41	1,81	--	--	--	1	24	0,70	5%
2	-42,65	-46,26	-49,07	-50,35	-49,44	-51,05	-48,13	3,15	48,24	2	25	0,99	9%
3	-4,65	0,24	1,93	3,65	5,56	8,46	2,53	4,53	5,19	3	6	1,04	14%
5	-3,15	-3,26	-3,07	-3,35	-1,44	-2,54	-2,80	0,72	2,89	4	20	1,39	18%
6	-2,15	0,49	0,18	0,40	0,56	-0,29	-0,13	1,03	1,04	5	18	1,40	23%
7	-0,15	3,74	1,43	1,40	2,56	-0,04	1,49	1,50	2,12	6	11	1,50	27%
8	0,85	-0,76	-1,07	-0,35	-3,44	-2,54	-1,22	1,55	1,97	7	22	1,63	32%
9	822,85	1036,24	1062,68	1104,90	1152,81	1223,46	1067,16	137,00	1075,92	8	21	1,80	36%
11	-2,15	-1,26	-0,57	-1,35	-1,94	-1,04	-1,38	0,58	1,50	9	8	1,97	41%
12	-0,65	3,24	2,93	4,65	2,56	4,96	2,95	2,00	3,57	10	14	2,08	45%
13	4,00	4,29	3,78	3,70	3,76	4,46	4,00	0,31	4,01	11	16	2,08	50%
14	1,85	-1,26	-0,57	1,15	1,56	-3,54	-0,13	2,08	2,08	12	7	2,12	55%
15	-54,15	14,24	24,43	37,65	54,56	75,46	25,37	44,63	51,33	13	23	2,32	59%
16	0,60	1,49	0,43	-1,10	-3,44	-2,54	-0,76	1,94	2,08	14	5	2,89	64%
17	815,85	1024,74	1055,43	1093,15	1143,56	1213,96	1057,78	136,11	1066,50	15	12	3,57	68%
18	-0,65	-0,76	0,93	-1,35	1,56	1,96	0,28	1,38	1,40	16	19	4,00	73%
19	5,35	-1,26	-1,07	-2,85	-3,44	-5,54	-1,47	3,72	4,00	17	13	4,01	77%
20	1,35	-1,76	-1,57	0,15	-0,44	1,46	-0,13	1,39	1,39	18	3	5,19	82%
21	-2,40	-2,01	-0,32	0,65	-2,44	-1,29	-1,30	1,25	1,80	19	2	48,24	86%
22	-0,15	-0,76	-0,57	-0,85	-3,44	-1,04	-1,13	1,17	1,63	20	15	51,33	91%
23	1,35	0,24	-3,32	-1,35	-1,19	-3,54	-1,30	1,93	2,32	21	17	1066,50	95%
24	-0,15	-0,26	-0,57	-0,85	1,06	0,46	-0,05	0,70	0,70	22	9	1075,92	100%
25	0,85	-0,26	0,43	-1,85	0,56	0,46	0,03	0,99	0,99	23	1	--	--

RING TEST CRIOSCOPIA / FREEZING POINT (m°C)
LATTE VACCINO TERMIZZATO/COW MILK UHT
MAGGIO/MAY 2024



ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA' 2016-2024
 Repeatability and reproducibility rate over the time 2016-2024
 RING TEST CRIOSCOPIA/FREEZING POINT (m°C)
 MAGGIO/MAY 2016 - MAGGIO/MAY 2024

