



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

PROGRAMMA

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

RING TEST SPECIALISTICO

CRIOSCOPIA

NOVEMBRE 2019

LOTTO RTCR 121119

VIA DELL'INDUSTRIA snc - 00054 MACCARESE ROMA
Tel. +39 06 6678830 Fax. +39 06 6678811 email isl@aia.it



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

**RING TEST SPECIALISTICO
CRIOSCOPIA (m°C)**

INDICE

Indice	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del ring test.....	pag. 4
Valutazione del Ring Test.....	pag. 7
Elenco laboratori.....	pag. 8
Incertezza di misura.....	pag. 9
Andamento Z-Score.....	pag.10
Ranking.....	pag.11
Crioscopia	pag.12
Ripetibilità e Riproducibilità.....	pag.13
Andamento ripetibilità e Riproducibilità.....	pag.14
Istogramma Z-Score.....	pag.15
Istogramma della media e dello scarto tipo.....	pag.16
Distanza euclidiana.....	pag.17



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 Responsabile del
Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEL RING TEST

1. 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.
2. Numero identificativo dei campioni. Sequenzialmente è riportata la prima e la seconda ripetizione di analisi. In alcune elaborazioni, es. contenuto del grasso, per motivi di spazio è riportata solo la media dei due risultati.
3. Media delle due ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi (m lab).
4. Nel riquadro che è stampato in tutte le pagine, sono riportate: la media aritmetica (Media), il valore minimo (Min), quello massimo (Max), lo scarto tipo (ST) e il valore assegnato (Val Ass) calcolati su tutti i laboratori. 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.
5. I valori dei campioni outlier al test di Cochran e di Grubbs (vedi tabella Ripetibilità – Riproducibilità) sono stampati in grassetto.
6. Il valore evidenziato in un riquadro è un risultato mancante che è stato sostituito con il corrispondente valore della mediana, al fine di poter calcolare lo Z Score della media dei risultati.
7. 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.
 - ✓ ZS FISSO = z score laboratorio ottenuto utilizzando lo scarto tipo fisso, utile per confrontare nel tempo le “performance” ottenute.

Il valore di scarto tipo “fisso” (ST fisso), per il Ring Test Specialistico Crioscopia, stabilito per l'anno in corso è il seguente:

✓ crioscopia 2.6 m°C

8. In questa parte dell'elaborato si riportano:
 - ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato riportato nel riquadro (v. punto 4);
 - ✓ la media aritmetica delle singole differenze (m diff);
 - ✓ lo scarto tipo delle differenze (st diff);
 - ✓ la distanza euclidiana (D) o distanza dagli assi, calcolata come radice quadrata della somma dei quadrati di m diff e st diff:



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

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

9. In questa parte dell'elaborato si riportano:
- ✓ lo slope o pendenza della retta (SLOPE);
 - ✓ il bias o intercetta (BIAS);
 - ✓ la correlazione (CORR).

Per il calcolo si utilizzano i risultati dei singoli laboratori e il Valore Assegnato riportato nel riquadro (v. punto 4).



RING TEST ROUTINE
LATTE DI
CONTENUTO IN

1

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
2	1	3,56	3,53	3,56	3,55	3,56	3,55	3,53	3,55	3,57	3,53	3,58	3,60	3,52	3,55	3,55	3,59	3,59	3,62
	2	4,68	4,66	4,66	4,67	4,67	4,63	4,62	4,64	4,67	4,70	4,68	4,71	4,67	4,66	4,70	4,65	4,68	4,68
	3	5,78	5,78	5,78	5,75	5,80	5,75	5,79	5,80	5,79	5,85	5,81	5,82	5,83	5,81	5,80	5,80	5,77	5,76
	4	6,31	6,26	6,32	6,32	6,35	6,29	6,31	6,36	6,34	6,38	6,37	6,3	6,37	6,31	6,31	6,33	6,29	6,29
	5	7,95	7,99	7,95	7,91	7,95	7,87	7,93	7,94	7,96	7,98	7,97	7,87	7,95	7,95	7,93	7,95	7,99	7,99
	1	3,54	3,51	3,54	3,54	3,55	3,56	3,54	3,55	3,57	3,48	3,52	3,60	3,5	3,5	3,55	3,58	3,58	3,62
	2	4,63	4,67	4,65	4,65	4,65	4,64	4,62	4,64	4,67	4,68	4,67	4,72	4,66	4,66	4,66	4,70	4,66	4,67
	3	5,76	5,80	5,77	5,76	5,80	5,75	5,78	5,80	5,79	5,81	5,82	5,83	5,81	5,81	5,80	5,77	5,75	5,75
	4	6,32	6,27	6,31	6,28	6,35	6,29	6,30	6,36	6,34	6,38	6,35	6,34	6,37	6,32	6,32	6,33	6,29	6,29
	5	7,97	8,03	7,91	7,90	7,97	7,88	7,91	7,93	7,96	7,96	7,96	7,87	7,93	7,95	7,95	7,93	7,95	8,00

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

3

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
3	1	3,55	3,52	3,55	3,55	3,56	3,56	3,54	3,57	3,51	3,57	3,60	3,53	3,55	3,55	3,59	3,59	3,62
	2	4,66	4,67	4,66	4,66	4,66	4,64	4,62	4,67	4,69	4,65	4,72	4,67	4,66	4,66	4,70	4,66	4,68
	3	5,77	5,79	5,78	5,76	5,80	5,75	5,79	5,79	5,85	5,81	5,82	5,83	5,81	5,81	5,80	5,77	5,76
	4	6,32	6,27	6,32	6,30	6,35	6,29	6,31	6,34	6,38	6,35	6,34	6,37	6,32	6,32	6,33	6,29	6,29
	5	7,96	8,01	7,93	7,91	7,95	7,88	7,92	7,94	7,96	7,99	7,97	7,87	7,93	7,95	7,95	7,93	7,95
m lab		6,214	6,214	6,198	6,232	6,214	6,196	6,226	6,229	6,237	6,231	6,209	6,228	6,228	6,228	6,217	6,216	6,246

4

Media	Min	Max	ST	VAL. ASS.
3,56	3,51	3,62	0,027	3,55
4,66	4,62	4,72	0,022	4,66
5,79	5,75	5,85	0,025	5,79
6,32	6,27	6,38	0,030	6,32
7,94	7,87	8,01	0,036	7,95
6,218	6,166	6,246	0,018	6,226

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

7

ZS CAMP,1	0,000	-1,091	0,000	-0,182	0,182	0,182	-0,546	0,000	0,728	-1,637	0,546	1,819	-0,909	0,000	0,000	1,273	1,273	2,546
ZS CAMP,2	-0,229	0,229	-0,229	0,000	0,000	-1,146	-1,833	-0,917	0,458	1,375	-0,458	2,521	0,229	0,000	0,000	1,833	-0,229	0,688
ZS CAMP,3	-0,785	0,000	-0,589	-1,374	0,393	-1,570	-0,196	0,393	0,000	2,159	0,589	1,178	-1,570	0,589	0,589	0,393	-0,785	-1,374
ZS CAMP,4	0,000	-1,671	0,000	-0,501	1,170	-0,836	-0,334	1,504	0,836	2,005	1,170	0,836	1,838	0,000	0,000	0,501	-0,836	-0,836
ZS CAMP,5	0,278	1,671	-0,557	-1,253	0,278	-2,088	-0,835	-0,418	0,278	0,975	0,418	-2,228	-0,557	0,000	0,000	-0,557	0,000	1,253
ZS LAB	-0,882	-0,650	-0,650	-1,532	0,325	-3,343	-1,672	0,000	0,186	0,604	0,279	-0,929	0,139	0,093	0,093	-0,511	-0,557	1,114
ZS (ST FISSO)	-0,528	-0,389	-0,389	-0,917	0,194	-2,000	-1,000	0,000	0,111	0,361	0,167	-0,556	0,083	0,056	0,056	-0,306	-0,333	0,667

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

8

1	0,00	-0,03	0,00	0,00	0,01	0,01	-0,01	0,00	0,02	-0,04	0,02	0,05	-0,02	0,00	0,00	0,04	-0,04	0,07
2	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,03	-0,04	-0,02	0,01	0,03	-0,01	0,05	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,01
3	-0,02	0,00	-0,01	-0,04	0,01	-0,04	0,00	0,01	0,00	0,05	0,01	0,03	0,04	0,01	0,01	0,01	-0,02	-0,04
4	0,00	-0,05	0,00	-0,02	0,03	-0,03	-0,01	0,04	0,02	0,06	0,03	0,02	0,05	0,00	0,00	0,01	-0,03	-0,03
5	0,01	0,06	-0,02	-0,04	0,01	-0,08	-0,03	-0,02	0,01	0,04	0,01	-0,08	-0,02	0,00	0,00	-0,02	0,00	0,04
m diff	-0,008	-0,004	-0,004	-0,020	0,013	-0,053	-0,023	0,007	0,011	0,018	0,013	-0,009	0,010	0,009	0,009	-0,002	-0,003	0,028
st diff	0,016	0,037	0,012	0,017	0,013	0,057	0,014	0,025	0,010	0,043	0,015	0,079	0,032	0,016	0,016	0,048	0,021	0,052
D	0,018	0,038	0,013	0,026	0,018	0,077	0,027	0,026	0,015	0,047	0,019	0,079	0,033	0,019	0,019	0,048	0,021	0,059

LEGENDA:
 VALORI IN GRASSETTO: VALORI OUTLIERS PER IL TEST DI COCHRAN E/O GRUBBS
 VALORI NEL RIQUADRO: VALORI SOSTITUITI CON IL VALORE ASSEGNATO



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.

D: per valutare come il proprio laboratorio si è classificato rispetto all'andamento generale del ring test.



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

**ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI
RING TEST SPECIALISTICO
CRIOSCOPIA**

ASS. F.V.G. Codroipo
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI BASILICATA
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI LOMBARDIA
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI PIEMONTE
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI PUGLIA
ASSOCIAZ. REG. ALLEVATORI SARDEGNA
CBA - CHEMIEBIO AGRO SAS
IST.SPER.ZOOTECNICO PER LA SICILIA
LABORATORIO STANDARD LATTE
LATTERIA SORESINA
LATTERIA SORESINA SCA-STAB.PESCHIERA B.
MAURI EMILIO
MC ANALYSIS CENTER LTD

HANNO PARTECIPATO 13 LABORATORI CON UN TOTALE DI 19 STRUMENTI

VS. CODICE _____

Invio dei campioni	12 novembre 2019
Data indicata per l'invio dei risultati	21 novembre 2019
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	93%
Ultimi risultati ricevuti	22 novembre 2019
Invio delle elaborazioni statistiche	25 novembre 2019
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	14
Responsabile dell'elaborazione	Caterina Melilli



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

INCERTEZZA DI MISURA (LOTTO RTCR 070519)

Camp.	Val. Ass.	Oss	IC	±U
1/9	-565,9	18	0,4	0,80
2/9	-528,3	19	0,6	1,19
3/9	-603,5	19	0,6	1,14
4/9	-518,0	19	0,6	1,26
5/9	-418,0	17	0,4	0,74
6/9	-543,0	15	0,3	0,69
7/9 sol	-405,3	18	0,9	1,77
8/9 sol	-508,5	17	0,4	0,83
9/9 sol	-600,0	17	0,6	1,14

Legenda:

Val.Ass. = Indica il valore assegnato a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti.

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.

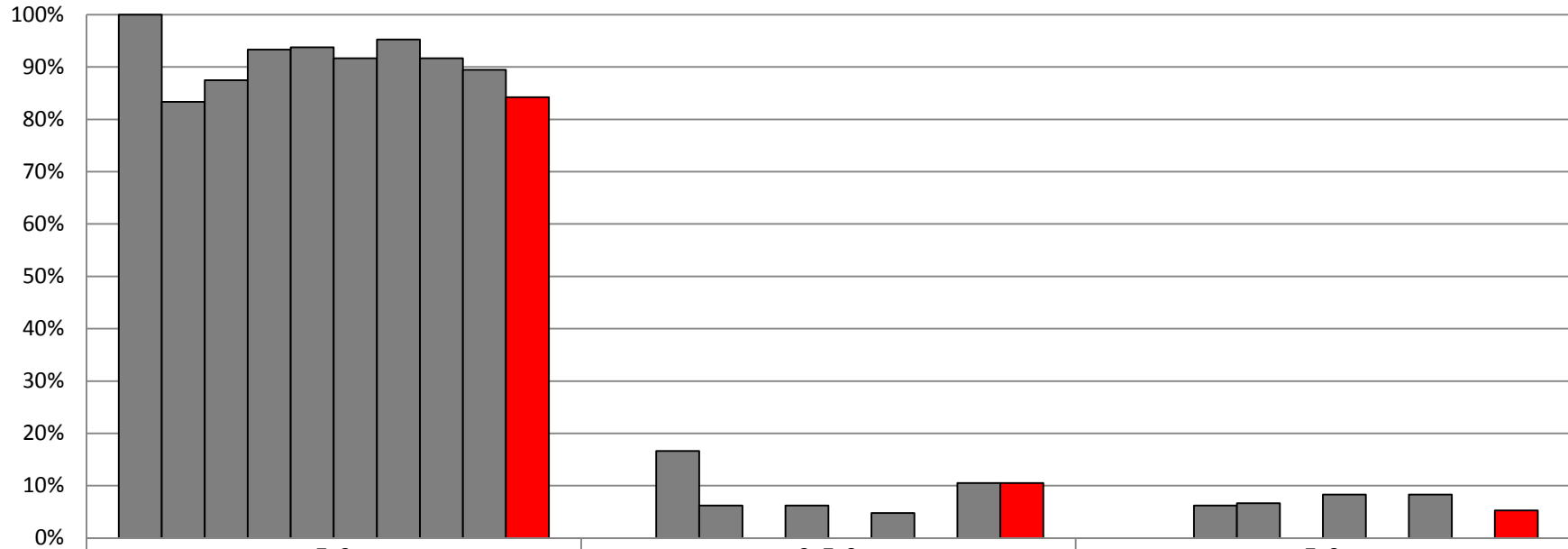
±U = Si assume come incertezza estesa del valore assegnato equivale al doppio della IC, p 95% k = 2.

Omogeneità del lotto è stata verificata, in conformità alla norma ISO 13528 - Stastical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, attraverso la determinazione del punto crioscopico con metodo ISO 5794:2009 IDF 108:2009 sul 10 % dei campioni prodotti.

Si dichiara che è stato effettuato, alla scadenza della data di esecuzione del Ring Test (21/11/2019), il test di stabilità dei campioni con esito positivo.



ANDAMENTO RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE MAGGIO 2015 - NOVEMBRE 2019



	Z<2	2<Z<3	Z>3
■ MAGGIO 2015	100%	0%	0%
■ DICEMBRE 2015	83%	17%	0%
■ MAGGIO 2016	88%	6%	6%
■ NOVEMBRE 2016	93%	0%	7%
■ MAGGIO 2017	94%	6%	0%
■ DICEMBRE 2017	92%	0%	8%
■ MAGGIO 2018	95%	5%	0%
■ DICEMBRE 2018	92%	0%	8%
■ MAGGIO 2019	89%	11%	0%
■ NOVEMBRE 2019	84%	11%	5%



RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)

NOVEMBRE 2019

ORDINAMENTO LABORATORI

ORD	LAB	D	%
1	13	0,783	5%
2	6	1,012	11%
3	18	1,065	16%
4	10	1,287	21%
5	3	1,304	26%
6	16	1,531	32%
7	17	2,024	37%
8	15	2,060	42%
9	8*	2,134	47%
10	20	2,351	53%
11	11	2,384	58%
12	12	2,619	63%
13	9*	2,784	68%
14	19	2,892	74%
15	14	3,193	79%
16	4*	4,181	84%
17	5	6,096	89%
18	7	15,675	95%
19	1	58,297	100%

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

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

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

% = valore percentuale relativo all'ordinamento

* = LABORATORI CHE HANNO ALMENO UN VALORE SOSTITUITO CON IL VALORE ASSEGNATO



RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)

NOVEMBRE 2019

RIPETIBILITA' - RIPRODUCIBILITA' - OUTLIERS

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR
1	18	-566,3	2,666	4,819	0,942	1,703	-0,166	-0,301
2	19	-528,3	2,393	7,355	0,846	2,599	-0,160	-0,492
3	19	-603,3	2,910	7,004	1,028	2,475	-0,170	-0,410
4	19	-518,1	2,657	7,742	0,939	2,736	-0,181	-0,528
5	17	-418,2	2,514	4,335	0,888	1,532	-0,212	-0,366
6	15	-542,8	2,448	3,793	0,865	1,340	-0,159	-0,247
7 SOL	18	-407,1	3,374	10,599	1,192	3,745	-0,293	-0,920
8 SOL	17	-508,8	2,868	4,836	1,014	1,709	-0,199	-0,336
9 SOL	17	-599,5	3,335	6,673	1,178	2,358	-0,197	-0,393

MEDIE GENERALI

Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR
-521,4	2,817	6,665	0,995	2,355	-0,193	-0,444

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	1	5	-575,0	-573,0	Outlier per Test di Grubbs
2	5	4	-408,0	-408,0	Outlier per Test di Grubbs
3	5	5	-426,0	-426,0	Outlier per Test di Grubbs
4	6	7	-498,0	-499,0	Outlier per Test di Grubbs
5	6	5	-551,0	-551,0	Outlier per Test di Grubbs
6	8	1	-446,0	-446,0	Outlier per Test di Grubbs
7	9	1	-446,0	-446,0	Outlier per Test di Grubbs

LEGENDA

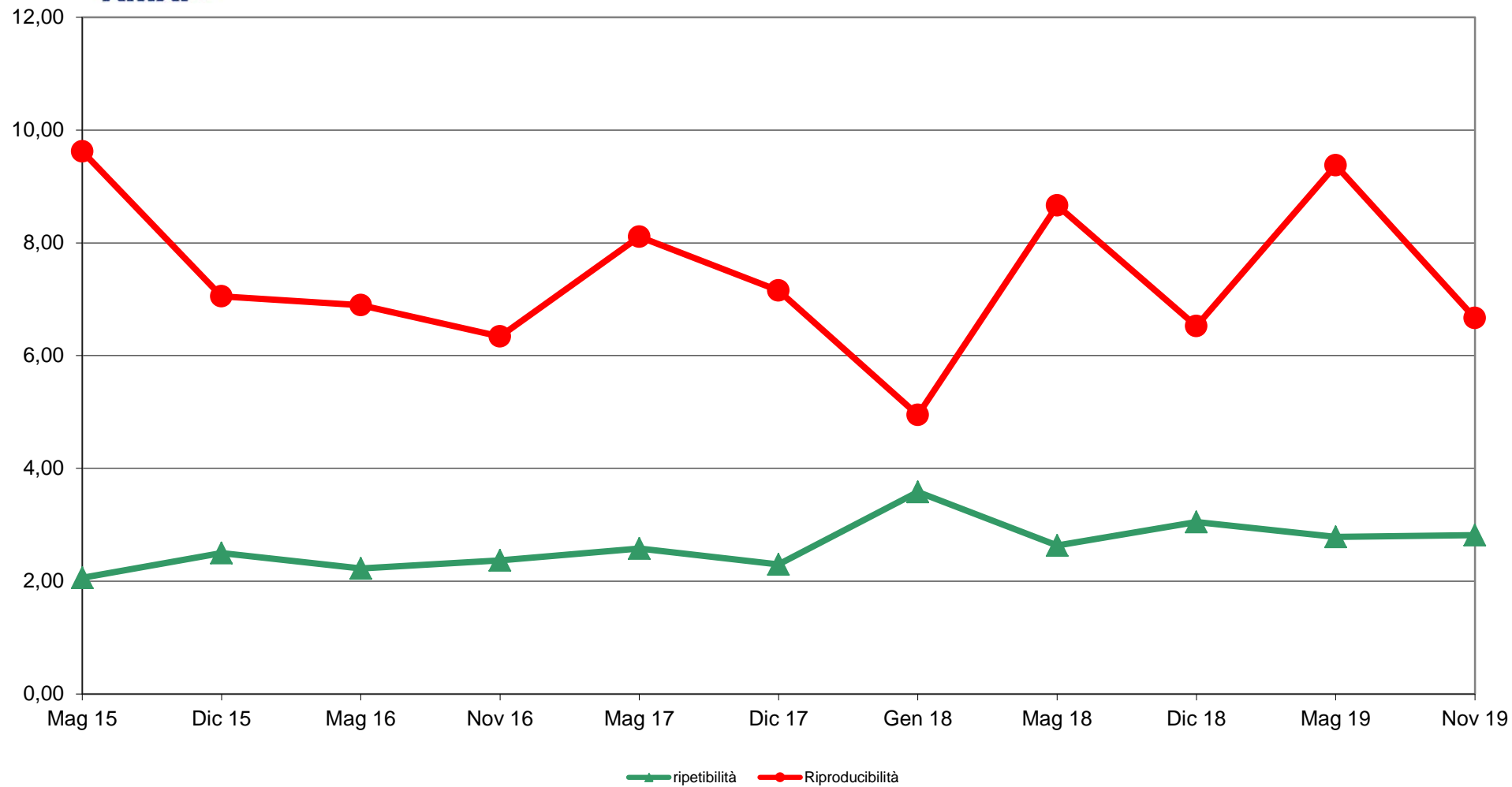
r	ripetibilita'
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità
RSDr	ripetibilità espressa in unità di media
RSDR	riproducibilità espressa in unità di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
OUT	outlier

VALORI DELLA MEDIA PROGRESSIVA DA MAGGIO 2013

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

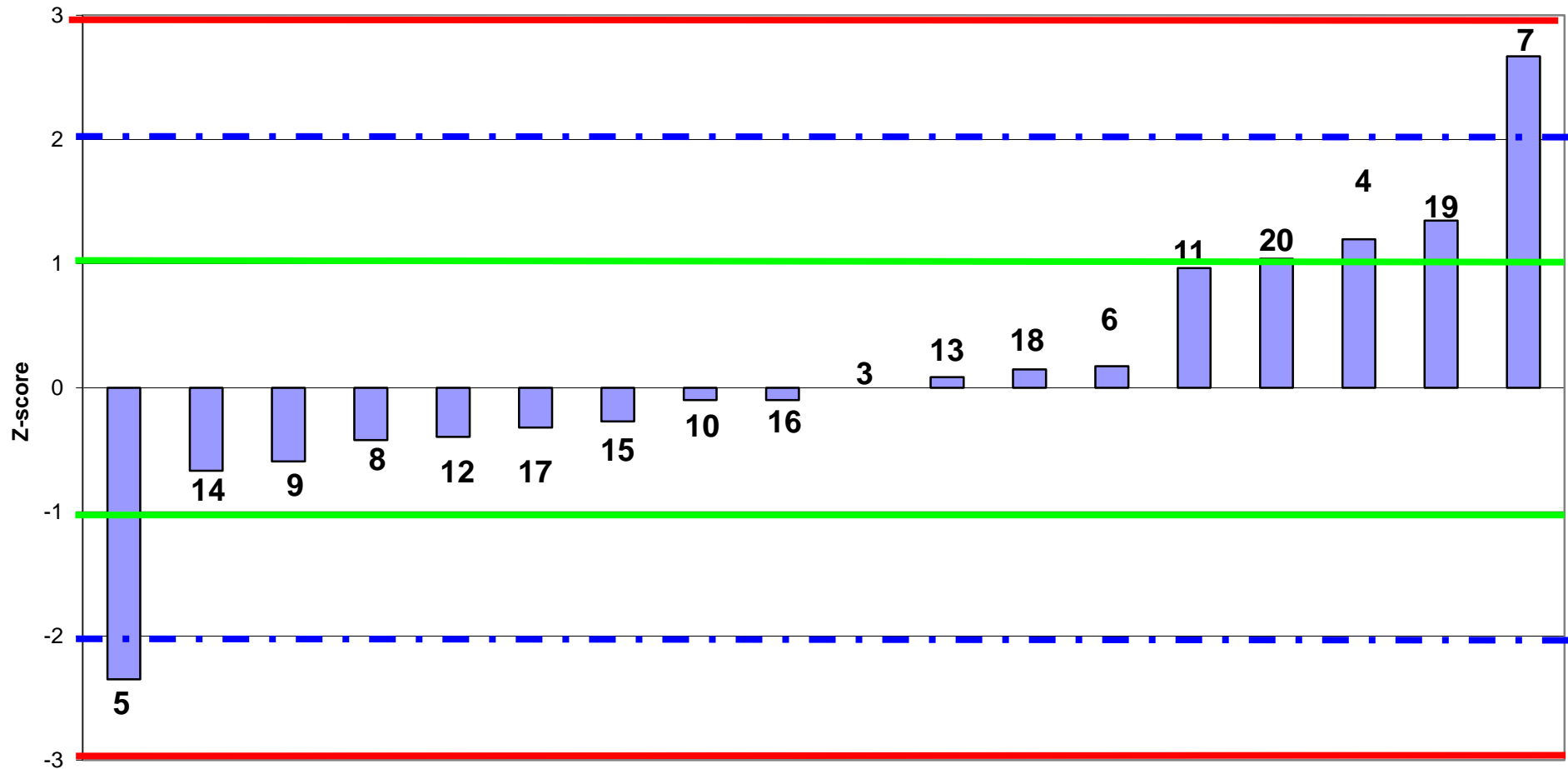


ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA (m°C)
MAGGIO 2015 - NOVEMBRE 2019





RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA m°C
NOVEMBRE 2019
ORDINAMENTO LABORATORI

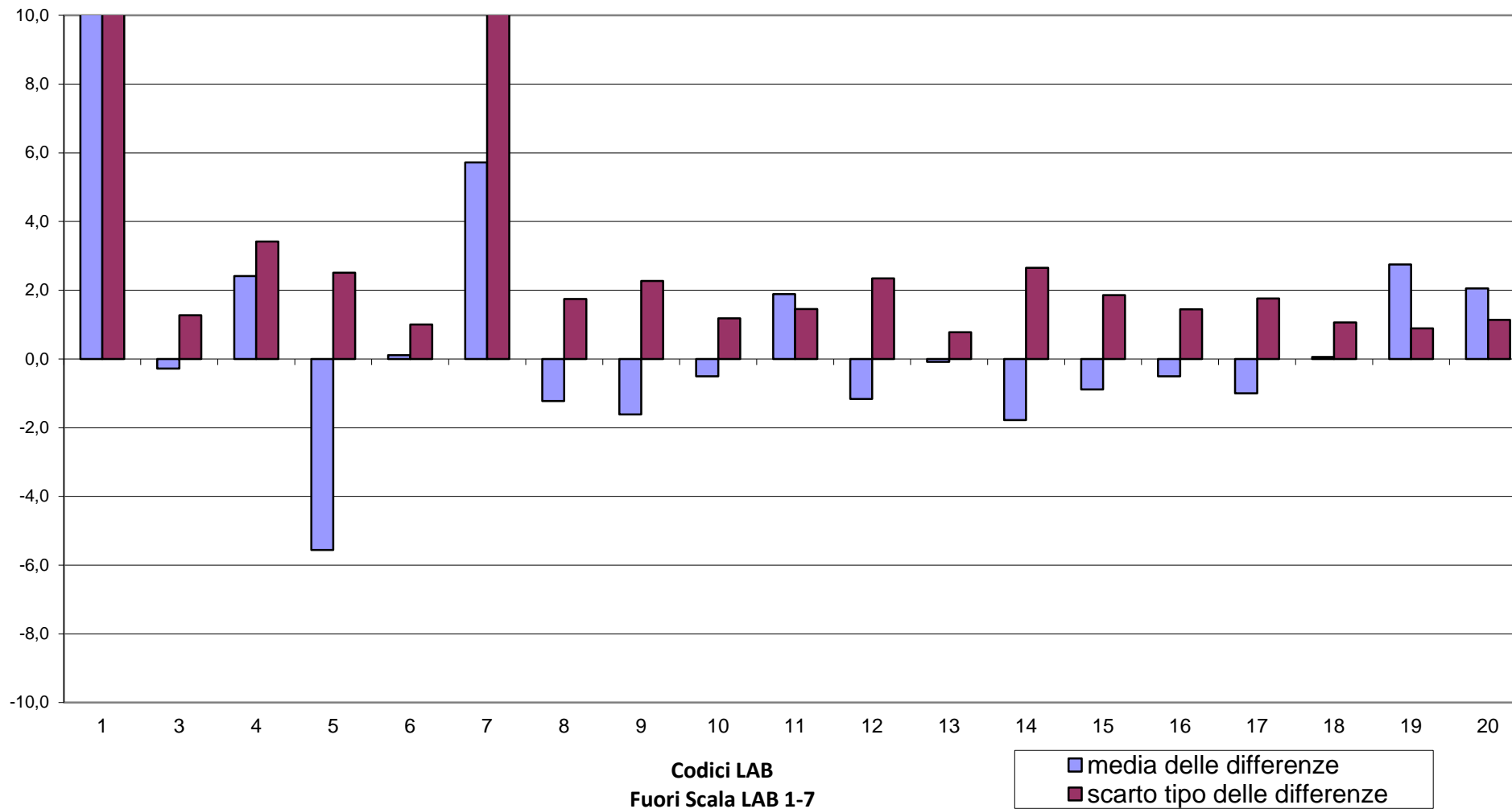


LAB partecipanti
Fuori Range Ottimale LAB 1



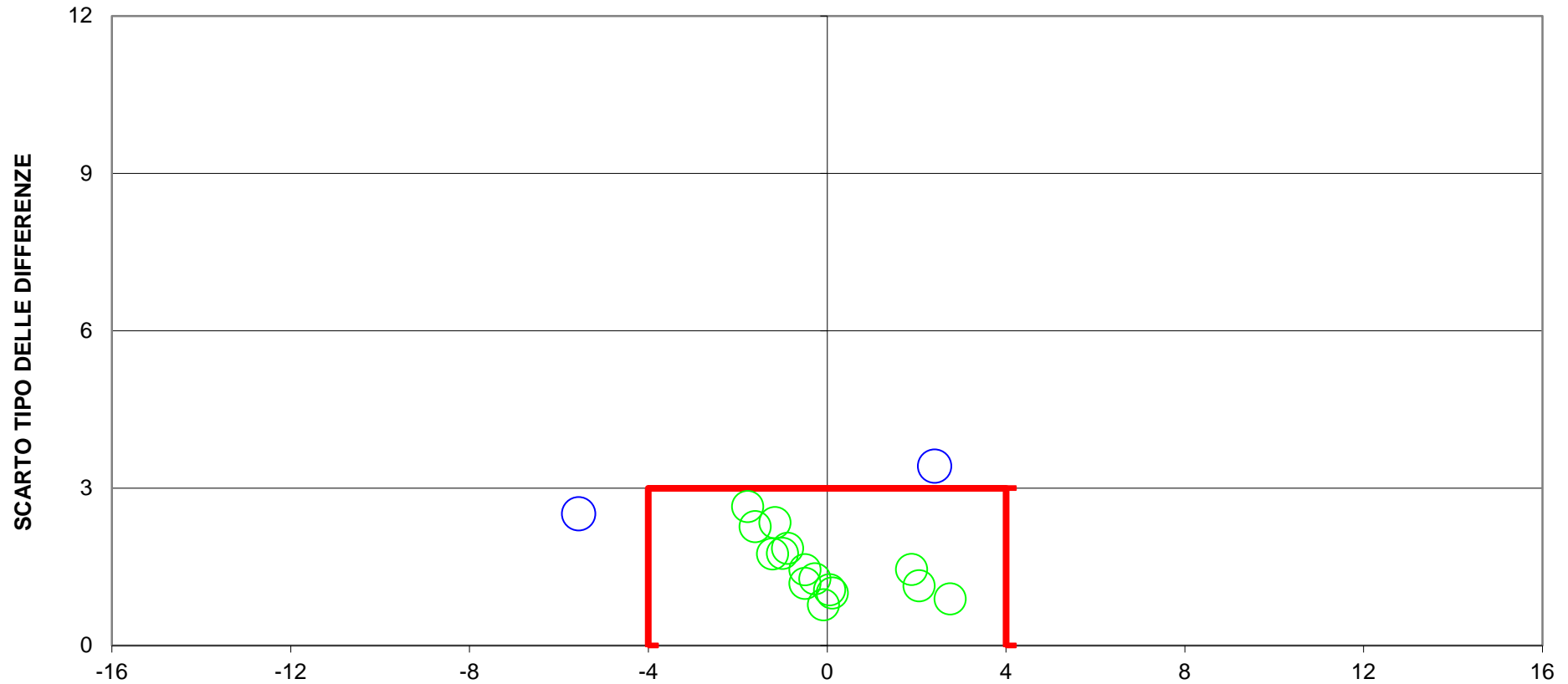
RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA m°C NOVEMBRE 2019

media delle differenze dal valore assegnato e scarto tipo delle differenze





**RING TEST SPECIALISTICO CRIOSCOPIA m°C
NOVEMBRE 2019
DIFFERENZA DAL VALORE ASSEGNATO**



DIFFERENZA DAL VALORE ASSEGNATO
4 LAB fuori dal TARGET (21%)
Fuori Range LAB 1-7
LIMITI DEL TARGET PER LATTE VACCINO diff= +/- 4 SD= 3
limiti stabiliti dalla media progressiva da maggio 2013 al maggio 2018