



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

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

RING TEST METODI DI RIFERIMENTO

Settembre 2021

RTR 210921

VIA DELL'INDUSTRIA snc - 00054 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail ls1@aia.it



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

INDICE

Indice.....	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del Ring Test.....	pag. 4
Elenco laboratori	pag. 8
Incertezza di misura.....	pag. 9
Parametro grasso.....	pag.10
Parametro Proteine.....	pag.11
Parametro Caseine.....	pag.12



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

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)



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEL RING TEST

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 crudo. A ciascun campione è stato aggiunto il conservante Bronopol 0.2%

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

Per $p \geq 12$ viene verificata la normalità della distribuzione per ciascun lotto attraverso il test di Kolmogorov Smirnov.

Sono riportati i dati tal quali inviati dai laboratori partecipanti. La valutazione della performance del laboratorio viene calcolata sulla media delle repliche.

La pagina 7 illustra una tabella come esempio di elaborazione dei risultati di analisi di un Ring Test.

La comprensione della legenda risulterà agevolata se si consulterà contemporaneamente il testo e la tabella.

1. Numero di identificazione del laboratorio che viene assegnato per email ad ogni Ring Test.
2. Numero identificativo dei campioni
3. media delle due ripetizioni
4. In grassetto i valori di tutti i campioni outliers.
Prima di procedere al calcolo degli outliers per il test di Cochran e Grubbs, si eliminano i dati del laboratorio che presentano una differenza dalla media di tutti i risultati maggiore di 3 volte lo scarto tipo per quel campione (pre-scrutinizzazione).
5. Nel riquadro, sono riportate le statistiche ottenute dalla media delle repliche di ciascun partecipante (risultati):
 - a) Val ass: valore assegnato corrisponde alla media aritmetica dei risultati. E' considerato il valore a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti
 - b) st: scarto tipo, deviazione standard dei risultati
 - c) Min: valore minimo di tutti i risultati
 - d) Max; valore massimo di tutti i risultati
 - e) p = numero delle osservazioni valide
 - f) u = incertezza di misura di ciascun lotto

Nei calcoli eseguiti non sono considerati i valori 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**
- **valore minimo e Massimo**



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

6. Z Score: zs del campione ottenuto utilizzando lo scarto tipo dei risultati:

$$ZS = (x_i - x_{RTi})/st_i$$

x_i = media del campione i_{esimo}

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

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

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.

7. In questa parte dell'elaborato si riportano:

- ✓ la differenza di ogni singolo campione dal valore assegnato
- ✓ 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.

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

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.



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

INCERTEZZA DI MISURA

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

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

st= 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 $u(x) < 0,3 * st$.

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 $p < 12$ l'incertezza di misura non può essere valutata.



RING TEST

5 GENERALE (TUTTI I METODI)				
	1	2	3	4
VAL ASS.(MEDIA)	12,90	23,13	38,31	44,73
ST	3,30	4,84	7,57	7,72
MIN	8,00	14,35	26,82	30,50
MAX	22,00	31,37	63,55	61,00
p	33	34	33	34
u	0,57	0,83	1,32	1,32

1	2	3 MEDIA DEI CAMPIONI			
		1	2	3	4
1	20,33	29,30	45,28	46,00	
2	12,81	22,78	34,05	48,64	
3	14,27	19,56	33,55	41,75	
4	10,15	20,97	31,53	38,52	
5	11,08	21,04	38,13	43,04	
6	9,33	15,59	28,82	30,50	
7	12,50	21,45	37,00	40,90	
8	17,75	30,80	51,00	53,90	
9	13,50	26,00	38,50	43,00	
10	8,50	16,50	28,50	34,50	
11	11,64	20,52	38,31	44,44	
12	11,27	19,30	31,66	36,18	
13	9,39	19,36	33,57	31,10	
14	15,00	24,00	37,00	44,00	
15	11,00	20,00	34,50	42,00	
16	14,15	31,37	41,56	44,96	
17	16,00	28,50	46,50	60,50	
18	8,00	16,50	33,00	39,00	
19	11,75	20,72	31,78	36,43	
20	10,50	19,00	31,50	44,50	
21	9,31	19,24	35,82	41,73	
22	15,08	29,37	41,26	55,31	
23	17,50	29,37	47,00	61,00	
24	11,48	25,97	44,34	52,82	
25	14,00	24,00	39,50	46,50	
26	13,35	24,89	37,56	43,63	
27	22,00	28,00	63,55	53,90	
28	15,35	30,25	45,00	53,10	
29	11,33	14,35	26,82	37,81	
30	14,00	27,00	44,00	53,00	
31	10,94	22,98	37,61	43,61	
32	8,70	17,05	29,10	35,20	
33	--	22,50	38,50	48,00	
34	13,77	28,08	46,61	51,23	

6 ZSCORE			
ZS 1	ZS 2	ZS 3	ZS 4
2,25	1,28	0,92	0,16
-0,03	-0,07	-0,56	0,51
0,41	-0,74	-0,63	-0,39
-0,83	-0,45	-0,89	-0,80
-0,55	-0,43	-0,02	-0,22
-1,08	-1,56	-1,25	-1,84
-0,12	-0,35	-0,17	-0,50
1,47	1,58	1,68	1,19
0,18	0,59	0,03	-0,22
-1,33	-1,37	-1,30	-1,33
-0,38	-0,54	0,00	-0,04
-0,49	-0,79	-0,88	-1,11
-1,06	-0,78	-0,63	-1,77
0,64	0,18	-0,17	-0,09
-0,58	-0,65	-0,50	-0,35
0,38	1,70	0,43	0,03
0,94	1,11	1,08	2,04
-1,49	-1,37	-0,70	-0,74
-0,35	-0,50	-0,86	-1,08
-0,73	-0,85	-0,90	-0,03
-1,09	-0,80	-0,33	-0,39
0,66	1,29	0,39	1,37
1,40	1,29	1,15	2,11
-0,43	0,59	0,80	1,05
0,33	0,18	0,16	0,23
0,14	0,36	-0,10	-0,14
2,76	1,01	3,33	1,19
0,74	1,47	0,88	1,09
-0,48	-1,81	-1,52	-0,90
0,33	0,80	0,75	1,07
-0,60	-0,03	-0,09	-0,15
-1,27	-1,25	-1,22	-1,23
--	-0,13	0,03	0,42
0,26	1,02	1,10	0,84

7 DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO			
1	2	3	4
7,43	6,17	6,97	1,27
-0,09	-0,35	-4,26	3,91
1,37	-3,57	-4,76	-2,98
-2,75	-2,16	-6,78	-6,21
-1,82	-2,09	-0,18	-1,69
-3,57	-7,54	-9,49	-14,23
-0,40	-1,68	-1,31	-3,83
4,85	7,67	12,69	9,17
0,60	2,87	0,19	-1,73
-4,40	-6,63	-9,81	-10,23
-1,26	-2,61	0,00	-0,29
-1,63	-3,83	-6,65	-8,55
-3,51	-3,77	-4,74	-13,63
2,10	0,87	-1,31	-0,73
-1,90	-3,13	-3,81	-2,73
1,25	8,24	3,25	0,23
3,10	5,37	8,19	15,77
-4,90	-6,63	-5,31	-5,73
-1,15	-2,41	-6,53	-8,30
-2,40	-4,13	-6,81	-0,23
-3,59	-3,89	-2,49	-3,00
2,18	6,24	2,95	10,58
4,60	6,24	8,69	16,27
-1,42	2,84	6,03	8,09
1,10	0,87	1,19	1,77
0,45	1,76	-0,75	-1,10
9,10	4,87	25,24	9,17
2,45	7,12	6,69	8,37
-1,57	-8,78	-11,49	-6,92
1,10	3,87	5,69	8,27
-1,96	-0,15	-0,70	-1,12
-4,20	-6,08	-9,21	-9,53
--	-0,63	0,19	3,27
0,87	4,95	8,31	6,51

m diff	st diff	D
5,46	2,84	6,16
-0,19	3,34	3,34
-2,49	2,67	3,65
-4,47	2,36	5,05
-1,45	0,86	1,68
-8,71	4,43	9,77
-1,80	1,45	2,31
8,60	3,27	9,20
0,49	1,89	1,95
-7,76	2,76	8,24
-1,04	1,18	1,57
-5,16	3,05	6,00
-6,41	4,84	8,03
0,24	1,55	1,57
-2,89	0,80	3,00
3,24	3,56	4,82
8,11	5,52	9,81
-5,64	0,74	5,69
-4,60	3,37	5,70
-3,39	2,78	4,38
-3,24	0,63	3,30
5,49	3,83	6,69
8,95	5,16	10,34
3,89	4,15	5,68
1,24	0,38	1,29
0,09	1,29	1,30
12,10	8,99	15,07
6,16	2,57	6,68
-7,19	4,19	8,32
4,74	3,02	5,62
-0,98	0,77	1,25
-7,25	2,56	7,69
--	--	--
5,16	3,17	6,06

LEGENDA:
 CON - SI INDICANO DATI MANCANTI
 IN GRASSETTO I VALORI OUTLIERS
 IN ROSSO |ZS|>3
 IN ARANCIONE 2 < |zs| < 3



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE

Ring Test Metodi di Riferimento

Settembre 2021

ELENCO LABORATORI PARTECIPANTI

ASSOCIAZIONE REGIONALE ALLEVATORI LOMBARDIA

ASSOCIAZIONE REGIONALE ALLEVATORI PIEMONTE

CENTRALE DEL LATTE D'ITALIA - SEZ FIRENZE

GRANAROLO

GRUPPO MAURIZI

ICQRF - LABORATORIO PERUGIA

LABORATORIO GM

LABORATORIUM OCENY MLEKA KCHZ LR

Laboratori partecipanti	8
Unità di misura	g/100g
Invio dei campioni	21 settembre 2021
Data indicata per l'invio dei risultati	30 settembre 2021
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	100%
Ultimi risultati ricevuti	30 settembre 2021
Data di emissione elaborato del Ring Test	10 novembre 2021
l'elaborazione	51
Responsabile dell'elaborazione	Barbara Magnani



INCERTEZZA DI MISURA

grasso g/100g				
Camp.	Valore assegnato	p	st	u
1	3,6	6	0,07	n.a
2	3,9	6	0,04	n.a
3	3,8	7	0,17	n.a
4	3,2	7	0,06	n.a
5	3,1	6	0,07	n.a
6	3,7	6	0,04	n.a

proteine g/100g				
Camp.	Valore assegnato	p	st	u
1	3,1	7	0,03	n.a
2	3,4	7	0,02	n.a
3	2,9	6	0,05	n.a
4	3,1	6	0,03	n.a
5	3,0	6	0,02	n.a
6	3,4	6	0,05	n.a

caseine g/100g				
Camp.	Valore assegnato	p	st	u
1	2,5	3	0,02	n.a
2	2,7	3	0,03	n.a
3	2,2	3	0,06	n.a
4	2,5	3	0,01	n.a
5	2,3	3	0,03	n.a
6	2,7	3	0,02	n.a

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 parametro grasso con metodo ISO 9622 IDF 141C

Si dichiara che è stato effettuato, alla scadenza della data di esecuzione del Ring Test il test di stabilità dei campioni con esito positivo

Per p<12 non può essere valutata l'incertezza di misura

Legenda:

Val ass.:

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

p: Numero delle osservazioni valide considerate nell'elaborazione statistica

st: scarto tipo del Ring Test

u: incertezza di misura

n.a. non applicabile



RING TEST 81F
SETTEMBRE '21

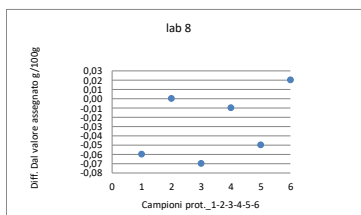
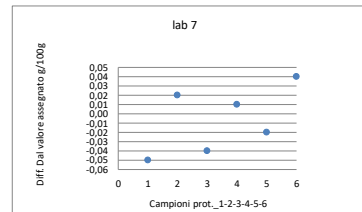
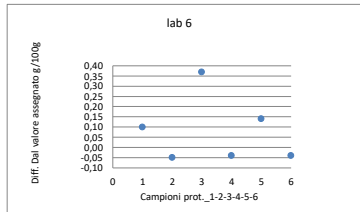
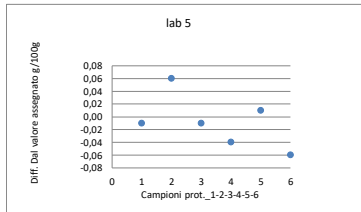
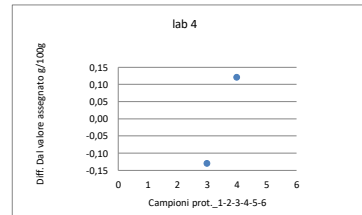
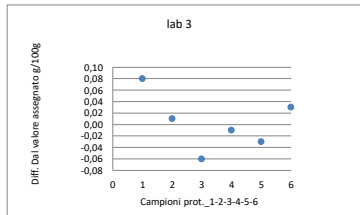
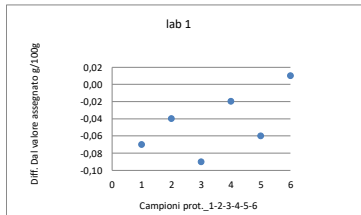
Elaborazione Grasso

codice	DATI g/100g											
	I ripetizione						II ripetizione					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	3,57	3,81	3,76	3,15	3,06	3,69	3,56	3,83	3,72	3,16	3,08	3,70
3	3,59	3,86	3,76	3,16	3,09	3,71	3,84	3,87	3,77	3,18	3,10	3,72
4	--	--	3,70	3,30	--	--	--	--	--	--	--	--
5	3,63	3,92	3,82	3,14	3,14	3,63	3,63	3,92	3,82	3,14	3,14	3,63
6	3,73	3,81	4,19	3,14	3,28	3,64	3,74	3,81	4,21	3,14	3,26	3,65
7	3,59	3,87	3,79	3,19	3,11	3,73	3,59	3,88	3,79	3,18	3,11	3,73
8	3,57	3,86	3,76	3,16	3,08	3,70	3,58	3,85	3,75	3,17	3,07	3,71

	VALORE ASSEGNATO					
	1	2	3	4	5	6
VAL. ASS.	3,64	3,86	3,83	3,18	3,13	3,69
ST	0,07	0,04	0,17	0,06	0,07	0,04
MIN	3,57	3,81	3,70	3,14	3,07	3,63
MAX	3,74	3,92	4,20	3,30	3,27	3,73
p	6	6	7	7	6	6

codice	MEDIA DEI CAMPIONI					
	1	2	3	4	5	6
1	3,57	3,82	3,74	3,16	3,07	3,70
3	3,72	3,87	3,77	3,17	3,10	3,72
4	--	--	3,70	3,30	--	--
5	3,63	3,92	3,82	3,14	3,14	3,63
6	3,74	3,81	4,20	3,14	3,27	3,65
7	3,59	3,88	3,79	3,19	3,11	3,73
8	3,58	3,86	3,76	3,17	3,08	3,71

codice	DIFF DAL VAL. ASS					
	1	2	3	4	5	6
1	-0,07	-0,04	-0,09	-0,02	-0,06	0,01
3	0,08	0,01	-0,06	-0,01	-0,03	0,03
4			-0,13	0,12		
5	-0,01	0,06	-0,01	-0,04	0,01	-0,06
6	0,10	-0,05	0,37	-0,04	0,14	-0,04
7	-0,05	0,02	-0,04	0,01	-0,02	0,04
8	-0,06	0,00	-0,07	-0,01	-0,05	0,02



Per p<12 viene eseguita una statistica descrittiva senza la valutazione della performance del laboratorio partecipante. E' calcolato solamente: valore assegnato, st, min e max. A solo scopo informativo viene fornita la differenza di ciascun risultato dal corrispondente valore assegnato.

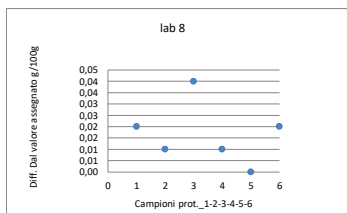
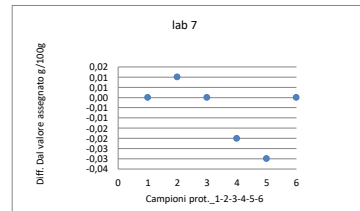
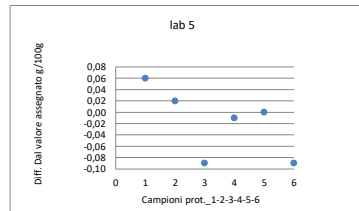
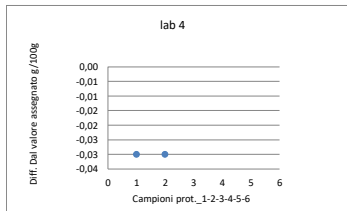
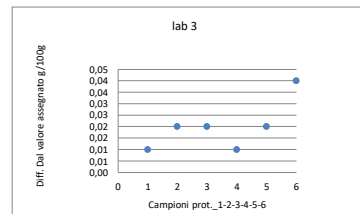
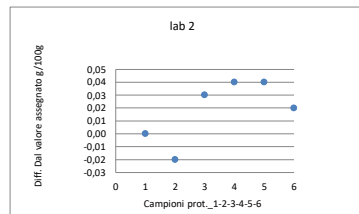
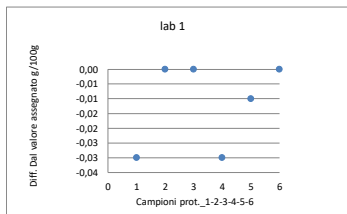
Elaborazione Proteine

codice	DATI g/100g											
	I ripetizione						II ripetizione					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	3,10	3,42	2,95	3,02	3,02	3,37	3,10	3,43	2,93	3,02	3,02	3,35
2	3,13	3,40	2,96	3,08	3,05	3,38	3,12	3,42	2,98	3,09	3,08	3,37
3	3,16	3,45	2,96	3,05	3,04	3,39	3,12	3,45	2,96	3,06	3,05	3,40
4	3,10	3,40	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
5	3,18	3,45	2,84	3,03	3,02	3,27	3,19	3,44	2,85	3,04	3,03	3,27
7	3,11	3,45	2,94	3,03	3,00	3,37	3,15	3,43	2,93	3,03	3,00	3,34
8	3,14	3,44	2,98	3,06	3,03	3,38	3,15	3,44	2,97	3,05	3,03	3,38

	VALORE ASSEGNATO					
	1	2	3	4	5	6
VAL. ASS.	3,13	3,43	2,94	3,05	3,03	3,36
ST	0,03	0,02	0,05	0,03	0,02	0,05
MIN	3,10	3,40	2,85	3,02	3,00	3,27
MAX	3,19	3,45	2,98	3,09	3,07	3,40
p	7	7	6	6	6	6

codice	MEDIA DEI CAMPIONI					
	1	2	3	4	5	6
1	3,10	3,43	2,94	3,02	3,02	3,36
2	3,13	3,41	2,97	3,09	3,07	3,38
3	3,14	3,45	2,96	3,06	3,05	3,40
4	3,10	3,40	--	--	--	--
5	3,19	3,45	2,85	3,04	3,03	3,27
7	3,13	3,44	2,94	3,03	3,00	3,36
8	3,15	3,44	2,98	3,06	3,03	3,38

codice	DIFF DAL VAL.ASS					
	1	2	3	4	5	6
1	-0,03	0,00	0,00	-0,03	-0,01	0,00
2	0,00	-0,02	0,03	0,04	0,04	0,02
3	0,01	0,02	0,02	0,01	0,02	0,04
4	-0,03	-0,03				
5	0,06	0,02	-0,09	-0,01	0,00	-0,09
7	0,00	0,01	0,00	-0,02	-0,03	0,00
8	0,02	0,01	0,04	0,01	0,00	0,02



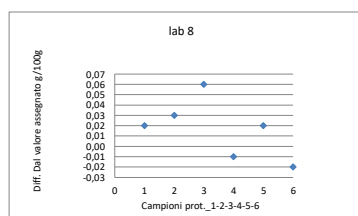
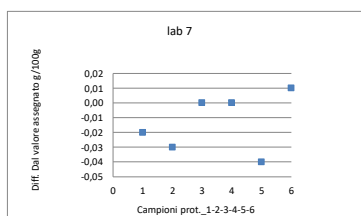
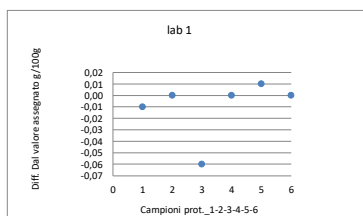
Per $p < 12$ viene eseguita una statistica descrittiva senza la valutazione delle performance del laboratorio partecipante. E' calcolato solamente: valore assegnato, st, min e max. A solo scopo informativo viene fornita la differenza di ciascun risultato dal corrispondente valore assegnato.

codice	DATI g/100g											
	I ripetizione						II ripetizione					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	2,50	2,68	2,19	2,48	2,36	2,71	2,49	2,70	2,17	2,46	2,32	2,70
7	2,47	2,67	2,25	2,47	2,29	2,72	2,50	2,65	2,23	2,47	2,29	2,71
8	2,52	2,72	2,30	2,46	2,36	2,69	2,54	2,71	2,30	2,45	2,34	2,69

	VALORE ASSEGNATO					
	1	2	3	4	5	6
VAL. ASS.	2,51	2,69	2,24	2,47	2,33	2,71
ST	0,02	0,03	0,06	0,01	0,03	0,02
MIN	2,49	2,66	2,18	2,46	2,29	2,69
MAX	2,53	2,72	2,30	2,47	2,35	2,72
p	3	3	3	3	3	3

codice	MEDIA DEI CAMPIONI					
	1	2	3	4	5	6
1	2,50	2,69	2,18	2,47	2,34	2,71
7	2,49	2,66	2,24	2,47	2,29	2,72
8	2,53	2,72	2,30	2,46	2,35	2,69

codice	DIFF DAL VAL. ASS					
	1	2	3	4	5	6
1	-0,01	0,00	-0,06	0,00	0,01	0,00
7	-0,02	-0,03	0,00	0,00	-0,04	0,01
8	0,02	0,03	0,06	-0,01	0,02	-0,02



Per p<12 viene eseguita una statistica descrittiva senza la valutazione della performance del laboratorio partecipante. E' calcolato solamente: valore assegnato, st, min e max. A solo scopo informativo viene fornita la differenza di ciascun risultato dal corrispondente valore assegnato.