



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

Dati Analisi Metodi Organizzazione Confronti Laboratori Esperti

RING TEST ROUTINE CARICA BATTERICA TOTALE

FEBBRAIO 2013

METODO FLUOROPTOELETTRONICO

VIA DELL'INDUSTRIA 24 - 00057 MACCARESE ROMA
Tel. 06 6678830 Fax. 06 6678811 e-mail lsl@aia.it



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI

Laboratorio Standard Latte

RING TEST CARICA BATTERICA ROUTINE
FEBBRAIO 2013

INDICE

Indice	pag. 2
Norme	pag. 3
Valutazione ring test	pag. 4
Elenco Laboratori	pag. 9
Omogeneità	pag. 10
Ranking	pag. 11
Impulsi	pag. 12
CFU	pag. 18



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:

- 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. 65, n° pp.2123-2144, 1993 (The International harmonized protocol for the proficiency testing of analytical laboratories);
- ISO/IEC 17043:2010 (Conformity assessment – General Requirements for proficiency testing)

Il Laboratorio Standard Latte dell'AIA ha il Sistema di Gestione per la Qualità certificato conforme alla Norma UNI EN ISO 9001-2008 dal CSQA con il seguente scopo: Progettazione, preparazione e commercializzazione di materiali di riferimento certificati nel settore lattiero-caseario. Progettazione, organizzazione e realizzazione di prove valutative interlaboratorio.

Il Responsabile del Laboratorio
(Dott.ssa Annunziata Fontana)



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

VALUTAZIONE DEL RING TEST

Nella descrizione della valutazione del Ring Test sarà seguita l'impaginazione del documento. L'argomento trattato sarà indicato dal nome o riferimento alla tabella.

➤ Ordinamento laboratori

Nella tabella è riportato l'ordinamento dei laboratori ottenuto dal calcolo della distanza eucliana secondo la seguente formula:

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

Dove:

D = distanza eucliana dall'origine degli assi ;

m diff = differenza tra la media dei risultati del laboratorio ed il valore di riferimento;

st = scarto tipo delle differenze tra i singoli risultati del laboratorio e i singoli valori di riferimento.

La differenza dal valore di riferimento (m diff) e lo scarto tipo delle differenze (st) sono rilevabili nelle tabelle che riportano i risultati analitici.

Per monitorare nel tempo i propri risultati ottenuti nei singoli Ring Test, si dovrebbe riportare la percentuale dell'ordinamento (terza colonna del riquadro di ogni analita) su una carta di controllo.

➤ Tabelle riportanti i risultati

Lo Z Score è calcolato mediante la seguente formula:

$$ZS = \frac{m - VAL\ ASS}{st}$$

Dove: m = media dei risultati di analisi di ogni laboratorio

VAL ASS = valore di riferimento (mediana)

st = scarto tipo

Come riportato nella pubblicazione "The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories (Pure & Appl. Chem. Vol. 65, n. 9 pp 2123 – 2144, 1993)" è possibile la seguente classificazione:

$Z < 2$	Soddisfacente
$2 < Z > 3$	Dubbio
$Z > 3$	Insoddisfacente

In altri termini, i laboratori compresi tra 0 e 1 di ZS sono nella situazione auspicabile. Quelli compresi nella fascia tra 1 e 2 hanno una posizione soddisfacente. I laboratori compresi tra 2 e 3 sono nella fascia di allarme e quelli posti oltre il 3 sono “fuori controllo”.

Sono stati calcolati i singoli ZS per ogni campione. La valutazione di cui sopra dovrebbe essere applicata per ogni singolo campione.

- **Grafico della dispersione dei risultati in base allo scarto tipo delle differenze (st diff) e differenza dalla media di riferimento (m diff).**

Sull'asse delle ordinate sono riportati gli scarti tipo delle differenze (st diff) e su quello delle ascisse sono riportate le differenze della media del laboratorio dal valore di riferimento (m diff).



Associazione Italiana Allevatori

Laboratorio Standard Latte

LEGENDA

La pagina seguente riporta 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.

Poiché il numero dei laboratori è elevato, per ogni analisi possono essere presenti anche più fogli

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.
3. Media delle due ripetizioni e media aritmetica di tutti i risultati di analisi.
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 di riferimento (Val Ass). Quest'ultimo è rappresentato dalla mediana ed è considerato il valore "vero" a cui far riferimento per tutte le elaborazioni e confronti. Sia nel calcolo della media che nel calcolo della mediana non sono considerati i campioni outlier. Nell'ultima riga sono riportati i valori calcolati sulle medie dei laboratori.
5. I valori dei campioni outlier al test di Cochran e di Grubbs (vedi tabella Ripetibilità – Riproducibilità – Outlier specifica per ogni analita) sono stampati in grassetto.
6. Risultato mancante, sostituito con il corrispondente valore della mediana, al fine di poter calcolare lo Z Score della media dei risultati. Le cifre sono inserite in un riquadro.
7. Per memoria si ricorda la formula dello ZS: *risultato lab – valore di riferimento / scarto tipo dei risultati considerati*. In questa parte della tabella sono riportati i risultati del calcolo dello Z Score:

- calcolato per singolo campione (ZS CAMP);
 - calcolato con la media del laboratorio meno la media del valore di riferimento (mediana) e lo scarto tipo (ST) delle medie di tutti i laboratori (ZS LAB);
8. In questa parte della tabella sono riportate:
- la differenza di ogni singolo campione dal valore di riferimento 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 ed è calcolata come radice quadrata della somma dei quadrati di m diff e st diff. Utilizzando il valore di "D" è possibile ottenere un ordinamento dei laboratori.
9. In questa parte della tabella sono riportati:
- 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 di Riferimento riportato nel riquadro (v. punto 4).



ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI Laboratorio Standard Latte

RING TEST DI

CONTENUTO IN

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	2,39	2,53	2,58	2,55	2,50	2,54	2,45	2,45	2,50	2,56	2,56	2,56	2,52
2	3,79	3,97	3,98	3,93	3,84	3,97	3,94	3,94	3,91	3,99	3,99	3,99	3,96
3	3,56	3,51	3,53	3,42	3,44	3,54	3,40	3,40	3,49	3,58	3,58	3,55	3,56
4	3,44	3,53	3,48	3,38	3,43	3,49	3,36	3,36	3,46	3,53	3,53	3,53	3,51
1	2,38	2,55	2,57	2,56	2,50	2,55	2,42	2,42	2,49	2,52	2,52	2,52	2,52
2	3,78	4,00	3,97	3,90	3,84	3,98	3,85	3,85	3,91	4,02	4,02	4,02	3,95
3	3,55	3,53	3,51	3,42	3,45	3,54	3,37	3,37	3,49	3,55	3,55	3,55	3,55
4	3,43	3,50	3,50	3,39	3,43	3,50	3,30	3,30	3,46	3,52	3,52	3,52	3,51

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

	1	2	3	4	m lab
1	2,385	2,540	2,575	2,555	3,290
2	3,785	3,985	3,975	3,915	3,390
3	3,555	3,520	3,520	3,420	3,390
4	3,435	3,515	3,490	3,385	3,319

	1	2	3	4	MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL ASS
1	2,385	2,540	2,575	2,555	2,520	2,512	2,585	2,575	0,057 2,540
2	3,785	3,985	3,975	3,915	3,965	3,935	3,785	4,005	0,069 3,965
3	3,555	3,520	3,520	3,420	3,520	3,501	3,385	3,565	0,069 3,520
4	3,435	3,515	3,490	3,385	3,490	3,458	3,330	3,525	0,071 3,490

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
ZS CAMP,1	-2,718	0,000	0,614	0,263	-0,781	0,088	-1,841	-1,841	0,000	0,000	0,000	0,000	-0,351
ZS CAMP,2	-2,611	0,290	0,145	-0,725	1,813	0,145	-0,015	-0,015	-0,798	0,580	0,580	0,580	0,000
ZS CAMP,3	0,507	0,000	0,000	1,450	1,087	-0,290	-1,957	-1,957	-0,435	0,652	0,652	0,652	0,507
ZS CAMP,4	-0,770	0,350	0,000	-0,470	0,848	0,070	2,240	2,240	-0,420	0,490	0,490	0,490	0,280
ZS LAB	-1,712	0,044	0,044	-1,207	-1,471	0,022	2,217	2,217	-0,659	0,373	0,373	0,373	0,000
ZS (ST FISSO)	-3,250	0,853	0,853	-2,292	2,792	0,042	4,208	4,208	-1,250	0,708	0,708	0,708	0,000

DIFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO CALCOLATO

	1	2	3	4	m diff	st diff	D
1	-0,158	0,000	0,038	0,015	-0,040	0,005	0,105
2	-0,180	0,020	0,010	-0,050	-0,125	0,010	0,070
3	0,035	0,080	0,080	-0,100	-0,075	0,020	0,135
4	-0,055	0,025	0,000	-0,105	-0,060	0,005	-0,160
m diff	-0,089	0,011	0,011	-0,060	-0,075	0,010	-0,118
st diff	0,099	0,013	0,017	0,056	0,036	0,007	0,039
D	0,133	0,017	0,020	0,082	0,083	0,012	0,124

	SLOPE	BIAS	CORREL.
SLOPE	0,955	0,986	0,988
BIAS	0,238	0,035	1,000
CORREL.	0,988	1,000	0,997



**ASSOCIAZIONE ITALIANA ALLEVATORI
LABORATORIO STANDARD LATTE**

**ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI
RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE
FEBBRAIO 2013**

APA CUNEO
ARA ABRUZZO
ARA BASILICATA
ARA EMILIA ROMAGNA
ARA FRIULI VENEZIA GIULIA
ARA LIGURIA
ARA LOMBARDIA
ARA MOLISE
ARA PIEMONTE
ARA PUGLIA
ARA SARDEGNA
ARA SICILIA
ARA VENETO
ARTEST SPA
ASSAM
ASSOLAC
CASTALAB
CENTRO CASEARIO PIVETTI
CHELAB
CONCAST - TRENTINGRANA
CREA CENTRO RICERCHE E ANALISI SRL
FEDERAZ.LATTERIE SOCIALI-BZ
GRANAROLO SPA
IZS BRESCIA
IZS PALERMO
IZS PERUGIA
IZS PIACENZA
IZS POTENZA
IZS PUGLIA E BASILICATA - PUTIGNANO
IZS SASSARI
IZS TERAMO SEZ. LANCIANO
IZS TORINO
LAB. VAILATI S.R.L.
LAB.SERV.PROD-AGROALIM. AO
LABORATORIO STANDARD LATTE
LATTERIA SORESINA
MADE HSE SRL
MALTA DAIRY PRODUCTS
NEOMETRIX
VENETO AGRICOLTURA

LABORATORI PARTECIPANTI N.40 CON N.41 STRUMENTI

Invio dei campioni	19 febbraio 2013
Data indicata per l'invio dei risultati	28 febbraio 2013
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	90%
Ultimi risultati ricevuti	05 marzo 2013
Invio delle elaborazioni statistiche	20 marzo 2013
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	30
Responsabile dell'elaborazione	Alessandro Carducci



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

OMOGENEITA' E INCERTEZZA DI MISURA

RING TEST FEBBRAIO 2013

log IMPULSI *1000/ml					
Camp.	Val. Ass	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	2,671	82	0,006	0,008	0,017
2	3,559	82	0,007	0,007	0,014
3	1,696	82	0,013	0,025	0,050
4	3,898	82	0,007	0,004	0,014

IMPULSI *1000/ml					
Camp.	Val. Ass	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	441	80	9,546	10,444	20,888
2	3621	82	62,416	57,728	124,832
3	49	74	1,672	2,763	5,526
4	7934	80	139,115	70,822	278,230

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 (numero degli strumenti utili moltiplicato per le due ripetizioni).

IC = Intervallo di confidenza è il rapporto dello scarto tipo di riproducibilità e la radice quadrata del numero delle osservazioni considerate. Omog = Omogeneità del lotto è stata verificata, in conformità alla norma ISO 13528 - Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons.

$\pm U$ = Si assume come incertezza estesa del valore assegnato il valore maggiore tra l'intervallo di confidenza e l'omogeneità del lotto p 95% k = 2.



ORDINAMENTO LABORATORI

RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE

FEBBRAIO 2013

log IMPULSI

log CFU

ORD	LAB	D	%	ORD	LAB	D	%
1	40	0,011	2,4	1	8	0,022	2,4
2	35	0,013	4,9	2	22	0,025	4,9
3	8	0,018	7,3	3	2	0,026	7,3
4	1	0,019	9,8	4	1	0,027	9,8
5	6	0,020	12,2	5	32	0,028	12,2
6	32	0,023	14,6	6	26	0,029	14,6
7	15	0,030	17,1	7	15	0,035	17,1
8	2	0,032	19,5	8	35	0,037	19,5
9	38	0,033	22,0	9	10	0,037	22,0
10	10	0,035	24,4	10	16	0,040	24,4
11	20	0,036	26,8	11	21	0,041	26,8
12	22	0,036	29,3	12	34	0,046	29,3
13	30	0,036	31,7	13	31	0,052	31,7
14	27	0,037	34,1	14	27	0,052	34,1
15	26	0,040	36,6	15	23	0,054	36,6
16	9	0,046	39,0	16	36	0,061	39,0
17	29	0,047	41,5	17	14	0,061	41,5
18	31	0,049	43,9	18	39	0,076	43,9
19	21	0,052	46,3	19	25	0,076	46,3
20	33	0,052	48,8	20	33	0,081	48,8
21	34	0,057	51,2	21	3	0,083	51,2
22	23	0,057	53,7	22	29	0,086	53,7
23	36	0,067	56,1	23	28	0,088	56,1
24	14	0,071	58,5	24	9	0,100	58,5
25	16	0,073	61,0	25	40	0,101	61,0
26	5	0,074	63,4	26	7	0,115	63,4
27	11	0,078	65,9	27	12	0,119	65,9
28	4	0,080	68,3	28	24	0,130	68,3
29	39	0,085	70,7	29	13	0,138	70,7
30	7	0,087	73,2	30	41	0,139	73,2
31	3	0,089	75,6	31	38	0,143	75,6
32	25	0,089	78,0	32	19	0,156	78,0
33	17	0,107	80,5	33	20	0,169	80,5
34	28	0,113	82,9	34	6	0,175	82,9
35	19	0,117	85,4	35	30	0,196	85,4
36	12	0,133	87,8	36	5	0,229	87,8
37	24	0,138	90,2	37	37	0,239	90,2
38	13	0,145	92,7	38	18	0,247	92,7
39	41	0,163	95,1	39	11	0,330	95,1
40	18	0,185	97,6	40	17	0,402	97,6
41	37	0,211	100,0	41	4	0,443	100,0

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

$$\sqrt{\frac{m_{diff}^2 + st^2}{2}}$$

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

I VALORI ALL'INTERNO DEL RIQUADRO SONO RELATIVI A LABORATORI CHE HANNO ALMENO UN VALORE SOSTITUITO CON IL VALORE ASSEGNAZIONE



RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE FEBBRAIO 2013

RIPETIBILITA' - RIPRODUCIBILITA' - OUTLIERS

log IMPULSI*1000/ml

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR
1	41	2,656	0,036	0,216	0,013	0,076
2	41	3,559	0,028	0,179	0,010	0,063
3	41	1,696	0,208	0,335	0,074	0,118
4	41	3,898	0,025	0,182	0,009	0,064

MEDIE GENERALI

Media	r	R	Sr	SR
2,952	0,107	0,237	0,038	0,083

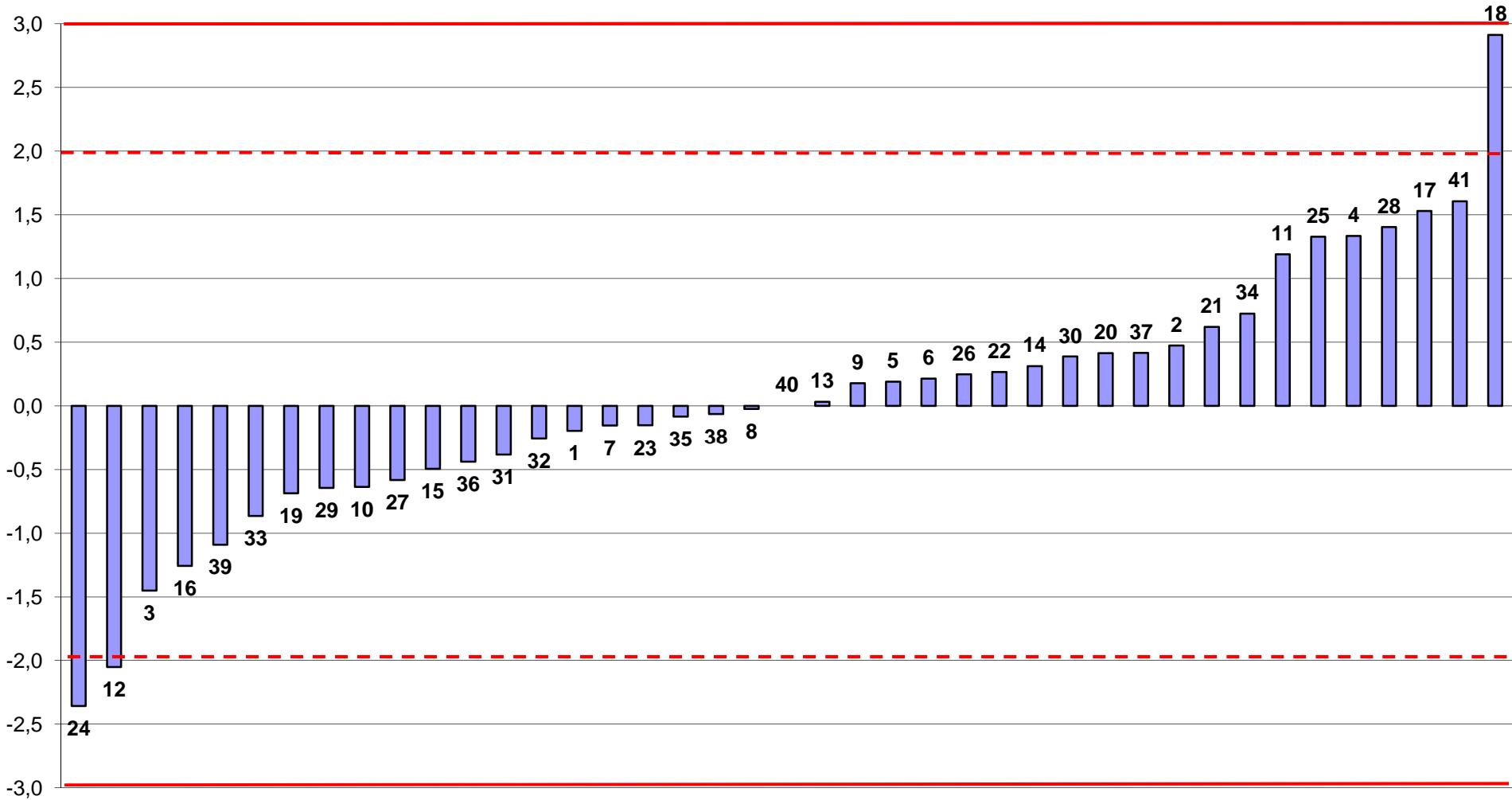
LABORATORI OUTLIERS

LEGENDA

r	ripetibilità'
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità

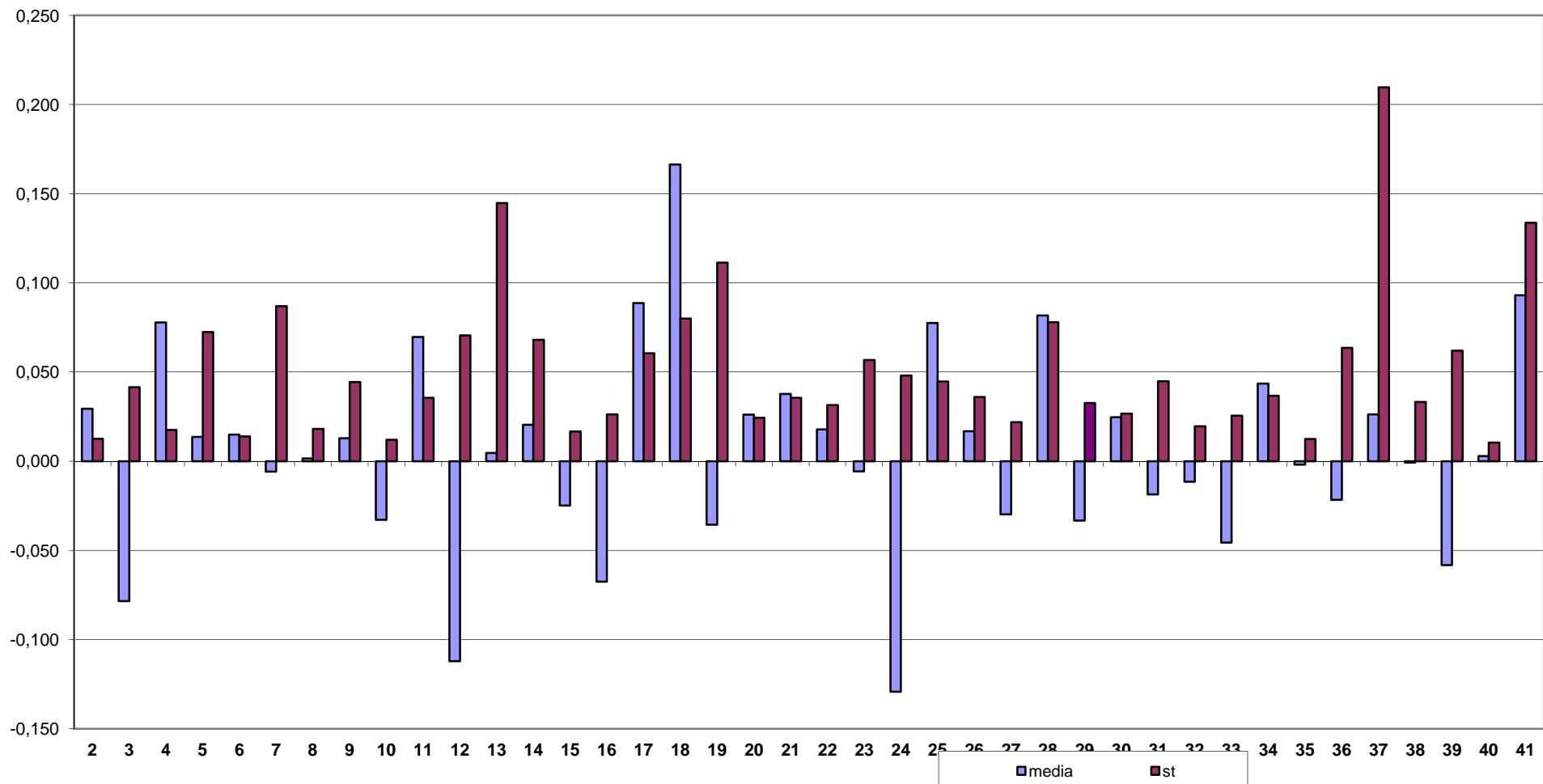


RING TEST CBT FEBBRAIO 2013 Z SCORE log IMPULSI



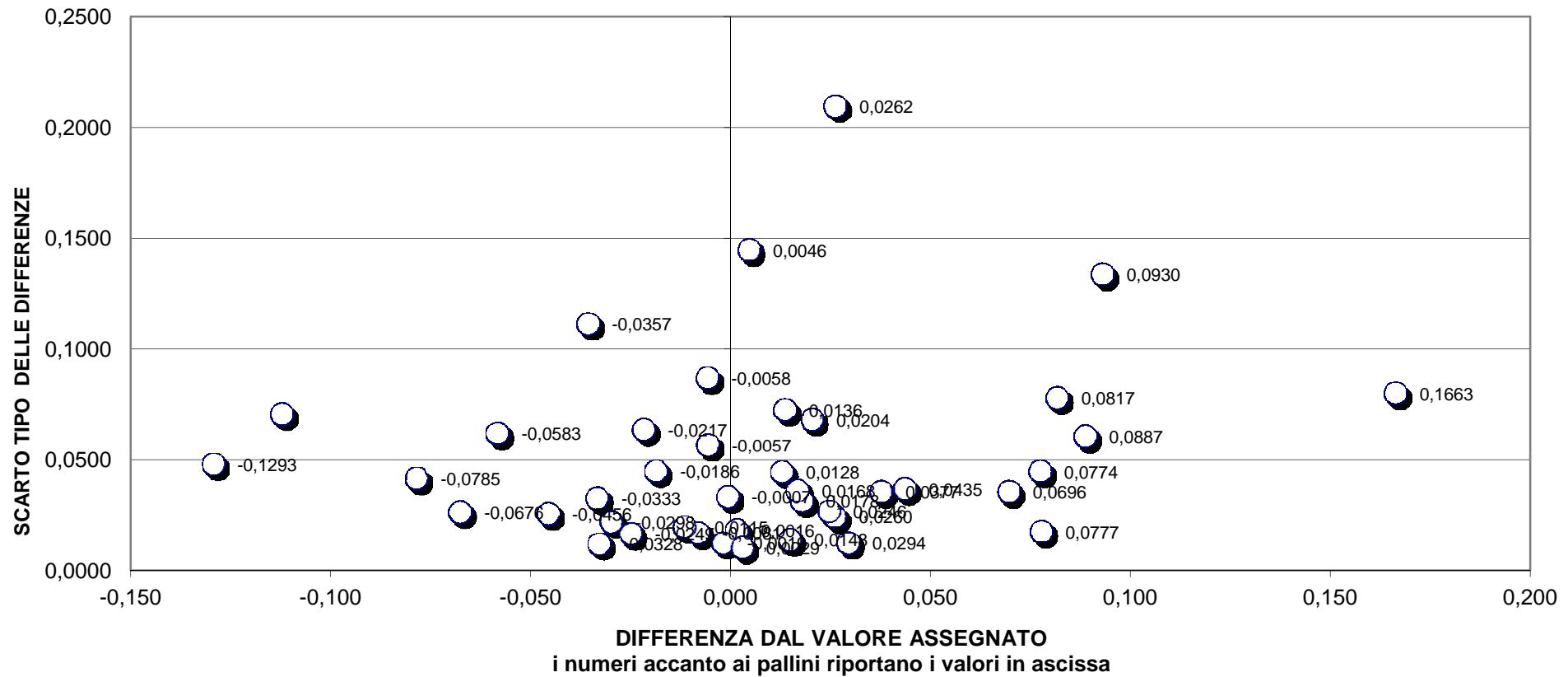


RING TEST CBT FEBBRAIO 2013
media delle differenze dal valore assegnato e scarto tipo delle differenze
log IMPULSI





RING TEST CBT FEBBRAIO 2013
CONTENUTO IN log IMPULSI*1000/ml





RING TEST CARICA BATTERICA TOTALE FEBBRAIO 2013

RIPETIBILITA' - RIPRODUCIBILITA' - OUTLIERS

log CFU*1000/ml

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR
1	41	2,036	0,036	0,307	0,013	0,108
2	40	2,852	0,026	0,200	0,009	0,071
3	41	1,154	0,189	0,562	0,067	0,199
4	40	3,153	0,024	0,214	0,009	0,076

MEDIE GENERALI

Media	r	R	Sr	SR
2,299	0,098	0,352	0,035	0,125

LABORATORI OUTLIERS

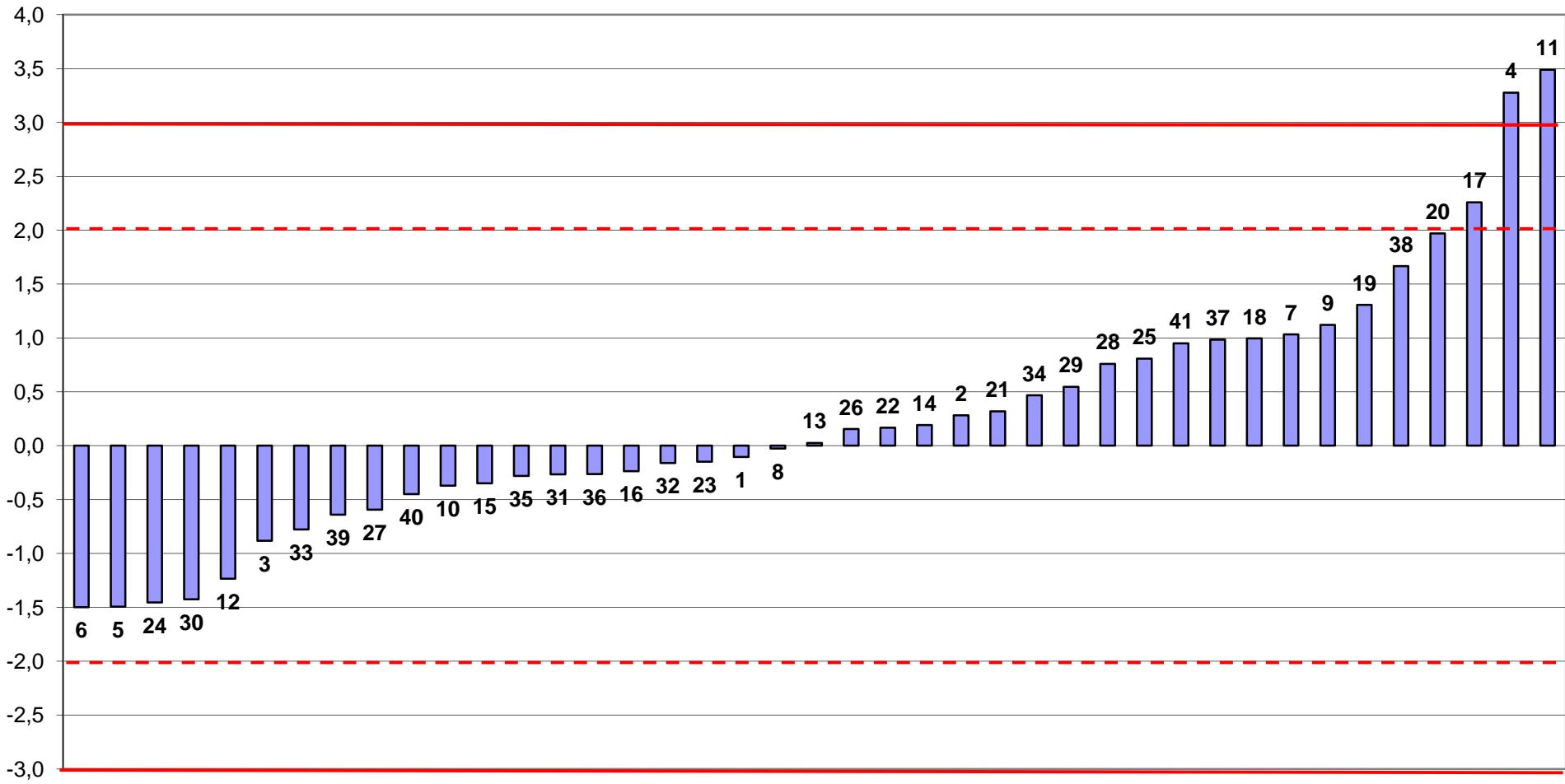
OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	2	4	3,36	3,36	Outlier per Test di Grubbs
2	4	4	3,73	3,73	Outlier per Test di Grubbs

LEGENDA

r	ripetibilità'
R	riproducibilità
Sr	scarto tipo della ripetibilità
SR	scarto tipo della riproducibilità

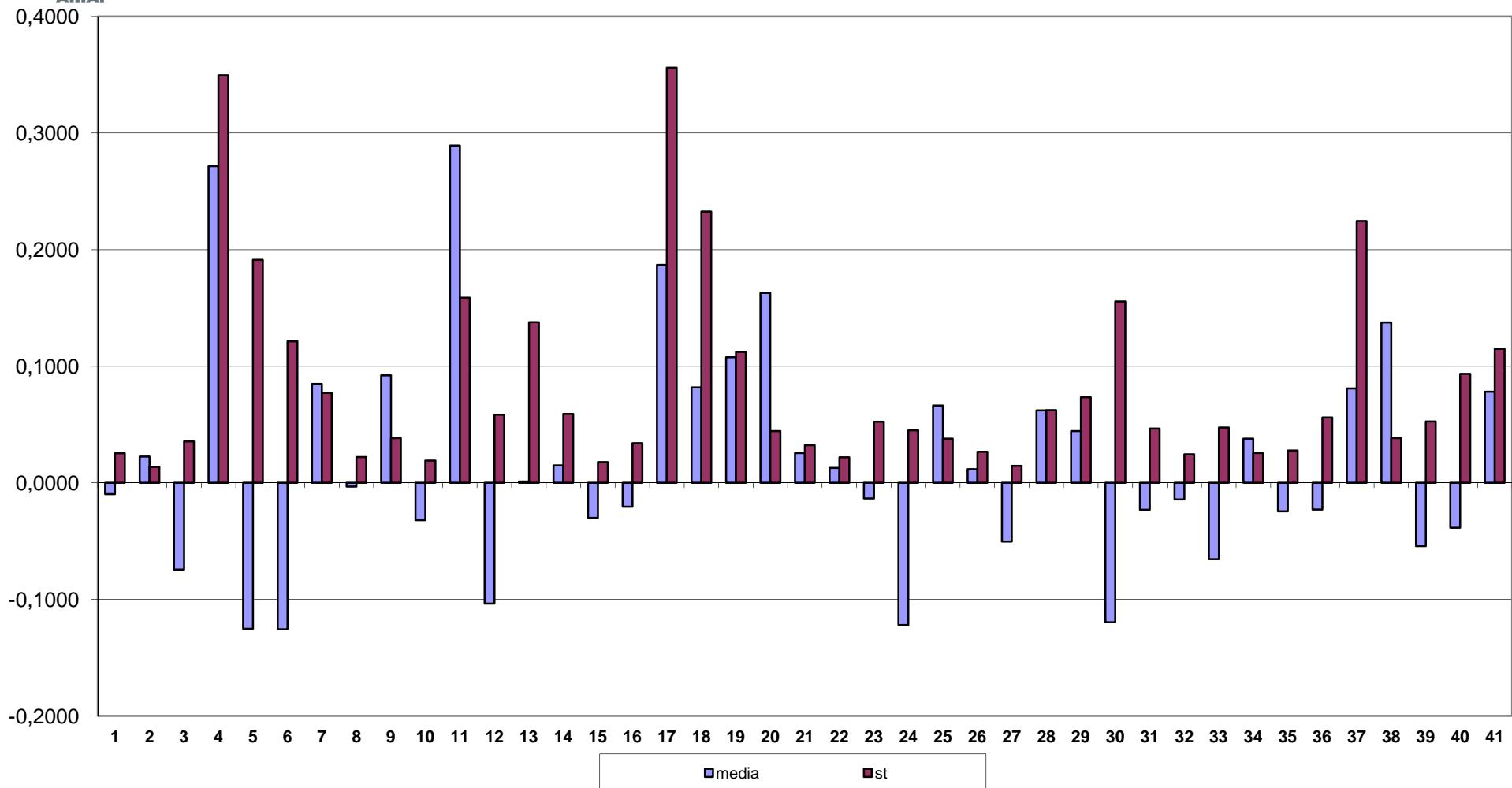


RING TEST CBT FEBBRAIO 2013
Z SCORE log CFU





RING TEST CBT FEBBRAIO 2013
media delle differenze dal valore assegnato e scarto tipo delle differenze
log CFU 1000/ml





RING TEST CBT FEBBRAIO 2013 CONTENUTO IN log CFU*1000/ml

