



**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 LATTE DI VACCA

DICEMBRE 2012

(LOTTO RTR 181212)

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



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

**RING TEST RIFERIMENTO
DICEMBRE 2012
INDICE**

Indice	pag. 2
Norme e documenti di riferimento.....	pag. 3
Guida all'interpretazione del ring test	pag. 4
Valutazione del ring test	pag. 5
Elenco laboratori.....	pag. 8
Omogeneità	pag. 9
Andamento Z-Score.....	pag.10
Grasso	pag.11
Proteine	pag.12



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. 65, n°9 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

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.
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 analista) sono stampati in grassetto. **L'elaborazione non può essere effettuata quando il numero dei partecipanti non è sufficiente.**
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 – Val Rif / 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);
 - calcolato utilizzando uno scarto tipo (ST fisso) uguale per tutti i ring test. Standardizzando la ST è possibile confrontare nel tempo le "performance" ottenute.
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

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.

➤ Andamento generale dei Ring Test

Sui grafici da pagina 11 a 16 sono riportati i confronti tra i risultati dei ring test effettuati nell'arco di almeno due anni.

➤ Ordinamento laboratori

Nella tabella a pagina 10 è riportato l'ordinamento dei laboratori ottenuto dal calcolo della distanza euclidiana secondo la seguente formula:

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

dove:

D = distanza euclidiana 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 (pag. 10) su una carta di controllo.

➤ Tabelle riportanti i risultati

Lo Z Score è calcolato mediante la seguente formula:

$$ZS = \frac{m - VAL \text{ RIF}}{st}$$

dove:

m = media dei risultati di analisi di ogni laboratorio;

VAL RIF = mediana dei risultati di analisi dopo eliminazione degli outliers al test di Grubbs;

st = scarto tipo o deviazione standard dalla media;

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



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

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.

E' riportato, inoltre, il valore dello ZS con al denominatore la ST fissa (target annuale). Ciò consente di confrontare nel tempo le prestazioni dei singoli laboratori. I valori di scarto tipo “fisso” (ST fisso), stabiliti in base alle analisi eseguite **sul latte di vacca con il metodo di riferimento**, per l'anno in corso sono i seguenti:

- | | |
|-------------------------|------|
| ○ Contenuto in grasso | 0.03 |
| ○ Contenuto in proteine | 0.07 |

E' consigliabile riportare su carte di controllo i valori di ZS con st fisso del proprio laboratorio per poterli confrontare con i ring test successivi.

Per monitorare nel tempo i propri risultati ottenuti nei singoli Ring Test, si dovrebbe riportare la percentuale dell'ordinamento (%D) su una carta di controllo.



RING TEST ROUTINE
LATTE DI
CONTENUTO IN

		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	4,68	4,70	4,65	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	5,80	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	6,34	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	7,93	7,95	7,91	7,93	7,91	7,99
3	1	3,54	3,51	3,54	3,54	3,55	3,56	3,54	3,55	3,57	3,48	3,55	3,60	3,55	3,55	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	4,62	4,72	4,68	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	5,84	5,80	5,81	5,81	5,81	5,80	5,80	5,77	5,75
	4	6,32	6,27	6,31	6,28	6,35	6,29	6,30	6,36	6,34	6,37	6,33	6,31	6,32	6,32	6,33	6,29	6,29	6,29
	5	7,97	8,03	7,91	7,90	7,97	7,88	7,91	7,93	7,96	7,99	7,96	7,91	7,93	7,95	7,95	7,93	7,95	8,00

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	Media	Min	Max	ST	VAL. ASS.
3	1	3,55	3,52	3,55	3,55	3,56	3,56	3,54	3,55	3,57	3,51	3,55	3,60	3,53	3,55	3,55	3,59	3,59	3,62	3,56	3,51	3,62	0,027	3,55
	2	4,66	4,67	4,66	4,66	4,66	4,64	4,62	4,64	4,67	4,69	4,65	4,72	4,67	4,66	4,66	4,70	4,66	4,68	4,66	4,62	4,72	0,022	4,66
	3	5,77	5,79	5,78	5,76	5,80	5,75	5,79	5,80	5,79	5,85	5,81	5,82	5,83	5,81	5,81	5,80	5,77	5,76	5,79	5,75	5,85	0,025	5,79
	4	6,32	6,27	6,32	6,30	6,35	6,29	6,31	6,36	6,34	6,37	6,33	6,31	6,32	6,32	6,32	6,33	6,29	6,29	6,32	6,27	6,38	0,030	6,32
	5	7,96	8,01	7,93	7,91	7,96	7,88	7,91	7,93	7,96	7,99	7,96	7,91	7,93	7,95	7,95	7,93	7,95	8,00	7,94	7,87	8,01	0,036	7,95
m lab			6,214	6,214	6,198	6,232	6,166	6,226	6,229	6,237	6,231	6,209	6,228	6,228	6,228	6,228	6,217	6,216	6,246	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	0,501	-0,836	-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
9	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
9	SLOPE	1,003	0,993	0,999	1,005	0,997	1,026	1,002	0,996	1,002	0,997	0,999	1,037	0,998	0,995	0,995	1,022	1,004	0,992
	BIAS	-0,011	0,049	0,011	-0,012	0,005	-0,108	0,009	0,016	-0,026	-0,002	-0,008	-0,222	-0,001	0,023	0,023	-0,135	-0,021	0,021
	CORREL.	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

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

ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI RING TEST DI RIFERIMENTO LATTE DI VACCA

AIA LSL
CATAA CASTELO BRANCO PORTOGALLO
CENTRALE LATTE FIRENZE
ECOALIMENTA BALVANO POTENZA
ECOLAB SALERNO
IZS SALERNO

HANNO PARTECIPATO 6 LABORATORI

VS. CODICE.....

Invio dei campioni	18/12/2012
Data indicata per l'invio dei risultati	27/12/2012
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	90%
Ultimi risultati ricevuti	27/12/2012
Invio delle elaborazioni statistiche	21/01/2013
Giorni impiegati tra l'invio dei campioni e l'elaborazione	34
Elaborazione effettuata da	Alessandro Di Vincenzi



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

OMOGENEITA' E INCERTEZZA DI MISURA (LOTTO RTR 181212)

GRASSO (g/100g)					
Camp.	Val. Ass.	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	5,09	6	0,1152	0,0057	0,2304
2	4,32	6	0,0562	0,0020	0,1123
3	2,76	6	0,0310	0,0059	0,0620
4	3,54	6	0,0320	0,0056	0,0641

PROTEINE (g/100g)					
Camp.	Val. Ass.	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	2,49	12	0,0333	0,0057	0,0667
2	2,93	12	0,0311	0,0020	0,0621
3	3,71	12	0,0701	0,0059	0,1402
4	3,37	12	0,0308	0,0056	0,0616

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, attraverso la determinazione del grasso con metodo ISO 9622 IDF 141C sul 10 % dei campioni prodotti.

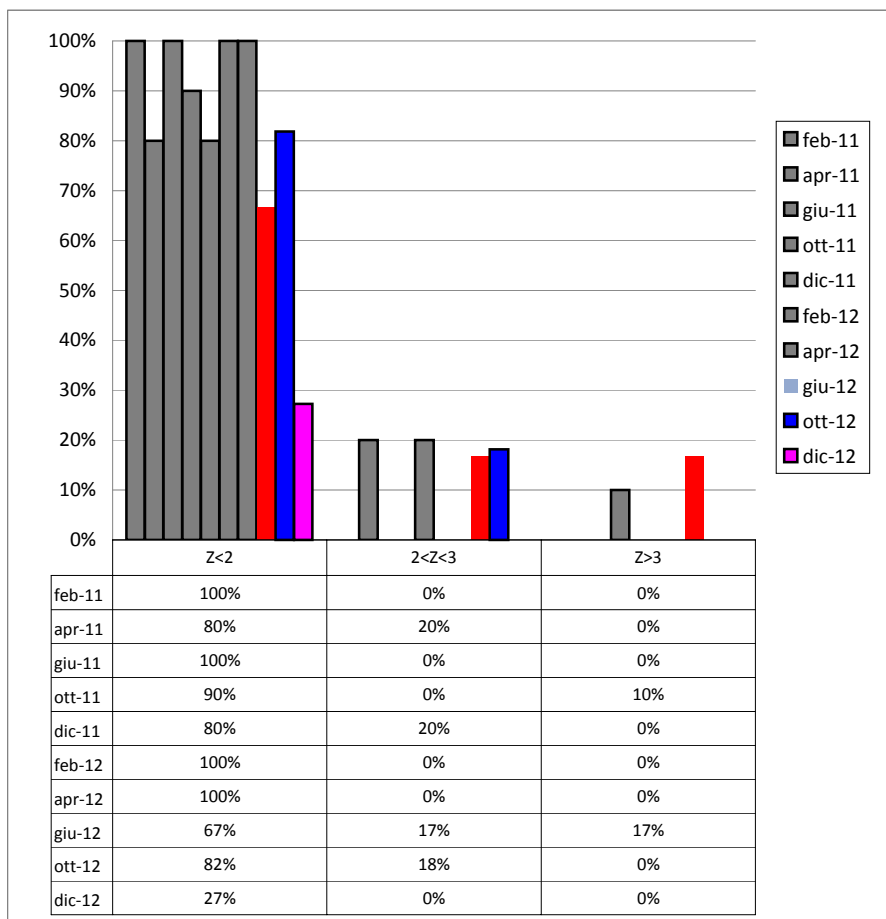
$\pm U$ = Si assume come incertezza estesa del valore di riferimento il valore maggiore tra l'intervallo di confidenza e l'omogeneità del lotto p 95% $k = 2$.

Si dichiara che è stato effettuato, alla scadenza della data di esecuzione del Ring Test (25/10/2012), il test di stabilità dei campioni con esito positivo.

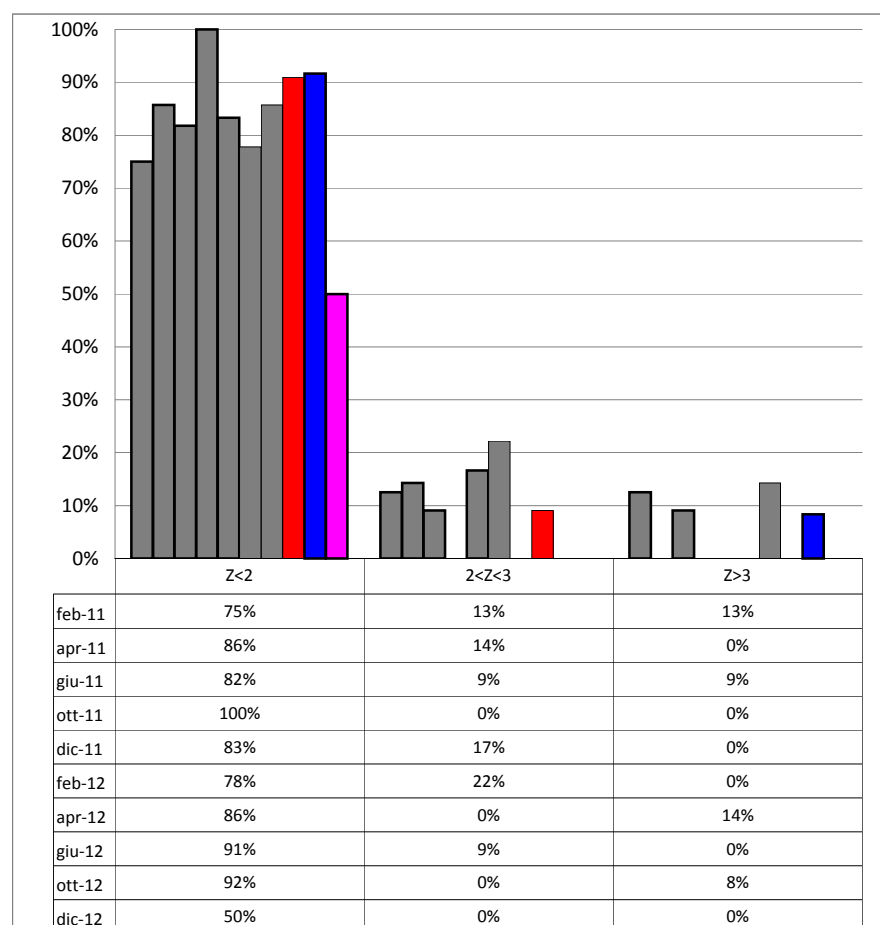


ANDAMENTO RING TEST METODI DI RIFERIMENTO LATTE VACCINO ANNO 2011-2012 FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE

GRASSO



PROTEINE





RING TEST RIFERIMENTO DICEMBRE 2012

CONTENUTO IN GRASSO g/100g

	1	2	3	4	5	6
1	5,20		4,70			5,09
2	4,50		4,20			4,32
3	2,80		2,70			2,75
4	3,60		3,50			3,53
1	5,30		4,70			5,08
2	4,40		4,15			4,32
3	2,90		2,70			2,76
4	3,70		3,50			3,54

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

1	5,250	4,700	5,085
2	4,450	4,175	4,320
3	2,850	2,700	2,755
4	3,650	3,500	3,535
m lab	4,050	3,769	3,924

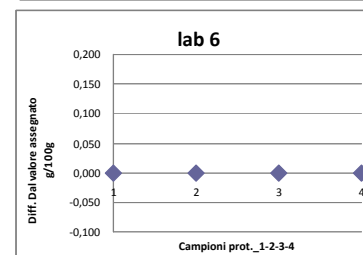
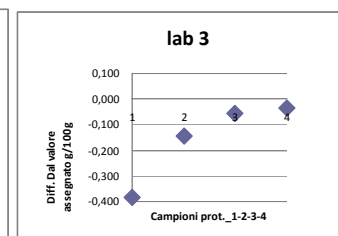
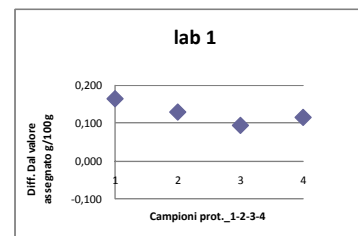
MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL ASS
5,012	4,700	5,250	0,282	5,085
4,315	4,175	4,450	0,138	4,320
2,768	2,700	2,850	0,076	2,755
3,562	3,500	3,650	0,078	3,535
3,914	3,769	4,050	0,141	3,924

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNATO

ZS CAMP, ' 1	0,585	-1,364	0,000
ZS CAMP. : 2	0,945	-1,054	0,000
ZS CAMP. : 3	1,252	-0,725	0,000
ZS CAMP. : 4	1,465	-0,446	0,000
ZS LAB	0,896	-1,100	0,000
S (ST FISSC	4,208	-5,167	0,000

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNATO

1	0,165	-0,385	0,000
2	0,130	-0,145	0,000
3	0,095	-0,055	0,000
4	0,115	-0,035	0,000
m diff	0,126	-0,155	0,000
st diff	0,030	0,161	0,000
D	0,130	0,223	0,000
SLOPE	0,972	1,155	1,000
BIAS	-0,012	-0,431	0,000
CORREL.	1,000	0,996	1,000



LIMITI DI ISO1211/IDF1D:2010 $r=0,04$ g/100g

N.B: non sono stati eseguiti i test statistici per il basso numero di partecipanti alla sessione analitica



RING TEST RIFERIMENTO DICEMBRE 2012

CONTENUTO IN PROTEINE g/100g

	1	2	3	4	5	6
1	2,50	2,72	2,36	2,45	2,55	2,48
2	3,00	3,12	2,81	2,92	2,94	2,93
3	3,80	3,99	3,63	3,74	3,67	3,75
4	3,40	3,57	3,27	3,35	3,38	3,33
1	2,48	2,73	2,41	2,46	2,53	2,49
2	3,07	3,13	2,82	2,91	2,94	2,91
3	3,70	4,00	3,65	3,75	3,67	2,75
4	3,43	3,59	3,28	3,34	3,39	3,31

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIO

1	2,490	2,725	2,385	2,455	2,540	2,485
2	3,035	3,125	2,815	2,915	2,940	2,920
3	3,750	3,995	3,640	3,745	3,670	3,250
4	3,415	3,580	3,275	3,345	3,385	3,320

m lab 3,173 3,356 3,029 3,115 3,134 2,994

MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL ASS
2,513	2,385	2,725	0,116	2,488
2,958	2,815	3,125	0,108	2,930
3,675	3,250	3,995	0,243	3,708
3,387	3,275	3,580	0,107	3,365
3,133	2,994	3,356	0,128	3,124

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNA

S CAMP.	0,022	2,06	-0,887	-0,281	0,454	-0,022
S CAMP.	0,976	1,812	-1,069	-0,139	0,093	-0,093
S CAMP.	0,175	1,184	-0,278	0,154	-0,154	-1,884
S CAMP.	0,469	2,017	-0,844	-0,188	0,188	-0,422

ZS LAB	0,376	1,811	-0,747	-0,073	0,073	-1,020
s (ST FISSI	0,687	3,313	-1,366	-0,134	0,134	-1,866

DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNA

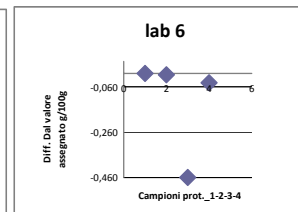
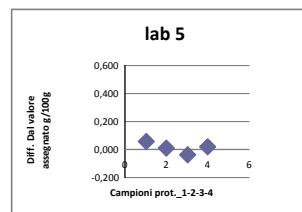
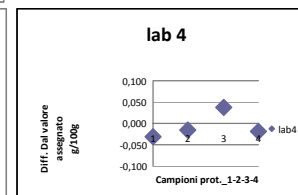
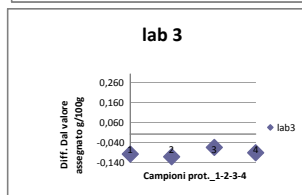
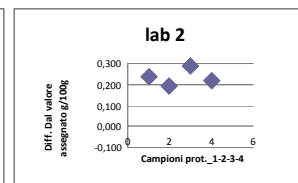
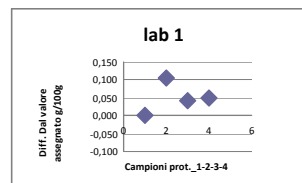
1	0,003	0,238	-0,103	-0,032	0,053	-0,002
2	0,105	0,195	-0,115	-0,015	0,010	-0,010
3	0,043	0,288	-0,067	0,038	-0,038	-0,458
4	0,050	0,215	-0,090	-0,020	0,020	-0,045

m diff	0,050	0,234	-0,094	-0,007	0,011	-0,129
st diff	0,042	0,040	0,020	0,031	0,037	0,220
D	0,065	0,237	0,096	0,032	0,039	0,255

SLOPE	0,812	1,106	1,029	0,962	1,106	1,017
BIAS	0,466	-0,527	0,033	0,126	-0,322	-0,040
CORREL	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

LIMITI DI ISO8968-1/IDF20-2:2010 $r=0,038$ g/100g

N.B: non sono stati eseguiti i test statistici per il basso numero di partecipanti alla sessione analitic





RING TEST METODI DI RIFERIMENTO DICEMBRE 2012
ORDINAMENTO LABORATORI
CONTENUTO IN PROTEINE g/100g

