



**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

OTTOBRE 2013

(LOTTO RTR 151013)

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



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013 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
Ranking.....	pag.11
Grasso	pag.12
Proteine	pag.16
Caseine	pag.20



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 eucliana secondo la seguente formula:

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

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 (pag. 10) su una carta di controllo.

➤ Tabelle riportanti i risultati

Lo Z Score è calcolato mediante la seguente formula:

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

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.



Associazione Italiana Allevatori Laboratorio Standard Latte

ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI RING TEST DI RIFERIMENTO LATTE DI VACCA

HANNO PARTECIPATO I SEGUENTI LABORATORI:

AIA-LSL
ARA PIEMONTE TORINO
CENTRALE LATTE FIRENZE
CORFILAC RAGUSA
DIP. ISP. TUTELA QUALITA' PERUGIA
ECOALIMENTA BALVANO POTENZA
ECOGAM GROSSETO
ECOLAT LODI
ERSAF MANTOVA
GRANAROLO BOLOGNA
HYPERION CASTELNUOVO MONTI REGGIO EMILIA
ROCCHI BAZZANO BOLOGNA
VENETO AGRICOLTURA THIENE

VS. CODICE.....

Invio dei campioni	15/10/2013
Data indicata per l'invio dei risultati	24/10/2013
% dei risultati ricevuti nei limiti indicati	90%
Ultimi risultati ricevuti	29/10/2013
Invio delle elaborazioni statistiche	18/11/2013
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 151013)

GRASSO (g/100g)					
Camp.	Val. Ass.	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	2,915	12	0,0128	0,0068	0,0257
2	3,803	12	0,0220	0,0054	0,0441
3	5,603	12	0,0233	0,0097	0,0467
4	2,005	12	0,0071	0,0021	0,0142

PROTEINE (g/100g)					
Camp.	Val. Ass.	Oss	IC	Omog	$\pm U$
1	3,825	13	0,0131	0,0068	0,0261
2	3,330	13	0,0214	0,0054	0,0427
3	2,350	13	0,0084	0,0097	0,0193
4	4,325	13	0,0191	0,0021	0,0382

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.

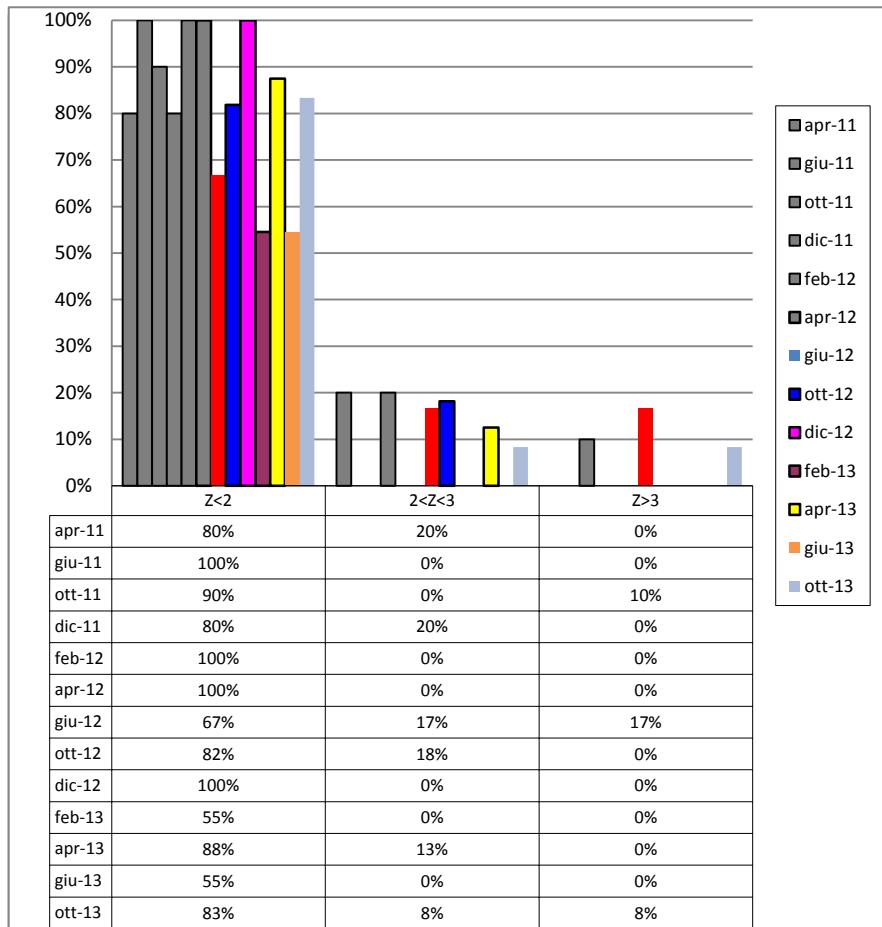
$\pm U$ = Si assume come incertezza estesa del valore di riferimento il valore maggiore tra l'intervallo di confidenza e l'omogeneità del lotto p 95% k = 2.

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.

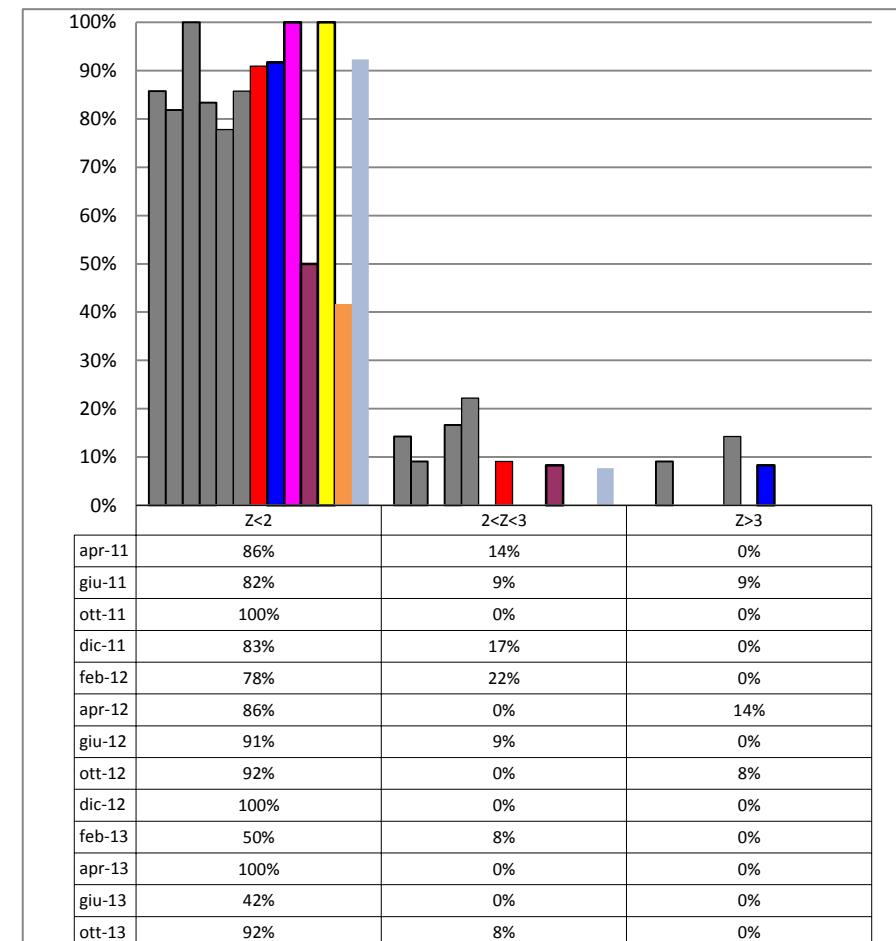


ANDAMENTO RING TEST METODI DI RIFERIMENTO LATTE VACCINO ANNO 2011-2012-2013 FREQUENZE % CLASSI Z-SCORE

GRASSO



PROTEINE





ORDINAMENTO LABORATORI

RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013

GRASSO				PROTEINE			
ORD	LAB	D	%	ORD	LAB	D	%
1	13	0,008	4%	1	2	0,006	4%
2	10	0,010	5%	2	11	0,016	9%
3	9	0,017	10%	3	10	0,024	14%
4	11	0,020	11%	4	6	0,029	17%
5	4	0,022	12%	5	9	0,034	20%
6	6	0,029	16%	6	7	0,053	30%
7	3	0,044	24%	7	13	0,056	32%
8	7	0,047	26%	8	4	0,067	39%
9	5	0,073	40%	9	8	0,072	41%
10	12	0,116	63%	10	12	0,088	51%
11	8	0,151	83%	11	1	0,090	52%
12	1	0,183	100%	12	3	0,131	75%
				13	5	0,173	100%

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

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

dove $m \text{ diff} = m_{\text{lab}} - \text{valore di riferimento};$
 $st = \text{scarto tipo delle differenze}$

I VALORI ALL'INTERNO DEL RIQUADRO SONO RELATIVI A LABORATORI CHE HANNO ALMENO UN VALORE SOSTITUITO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO
NON SONO RIPORTATI NEL RANKING I LABORATORI CHE SI DISCOSTANO PIU' DEL 30% DALL'ULTIMO LABORATORIO CLASSIFICATO



RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013
CONTENUTO IN GRASSO g/100g

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab. Out
1	11	2,9190	0,0480	0,1300	0,0170	0,0460	0,5860	1,5750	1,4620	!
2	12	3,8080	0,0460	0,2190	0,0160	0,0770	0,4230	2,0290	1,9850	
3	10	5,5780	0,0310	0,2300	0,0110	0,0810	0,1960	1,4560	1,4430	!
4	11	2,0120	0,0220	0,0710	0,0080	0,0250	0,3820	1,2540	1,1940	!

MEDIA GENERALI

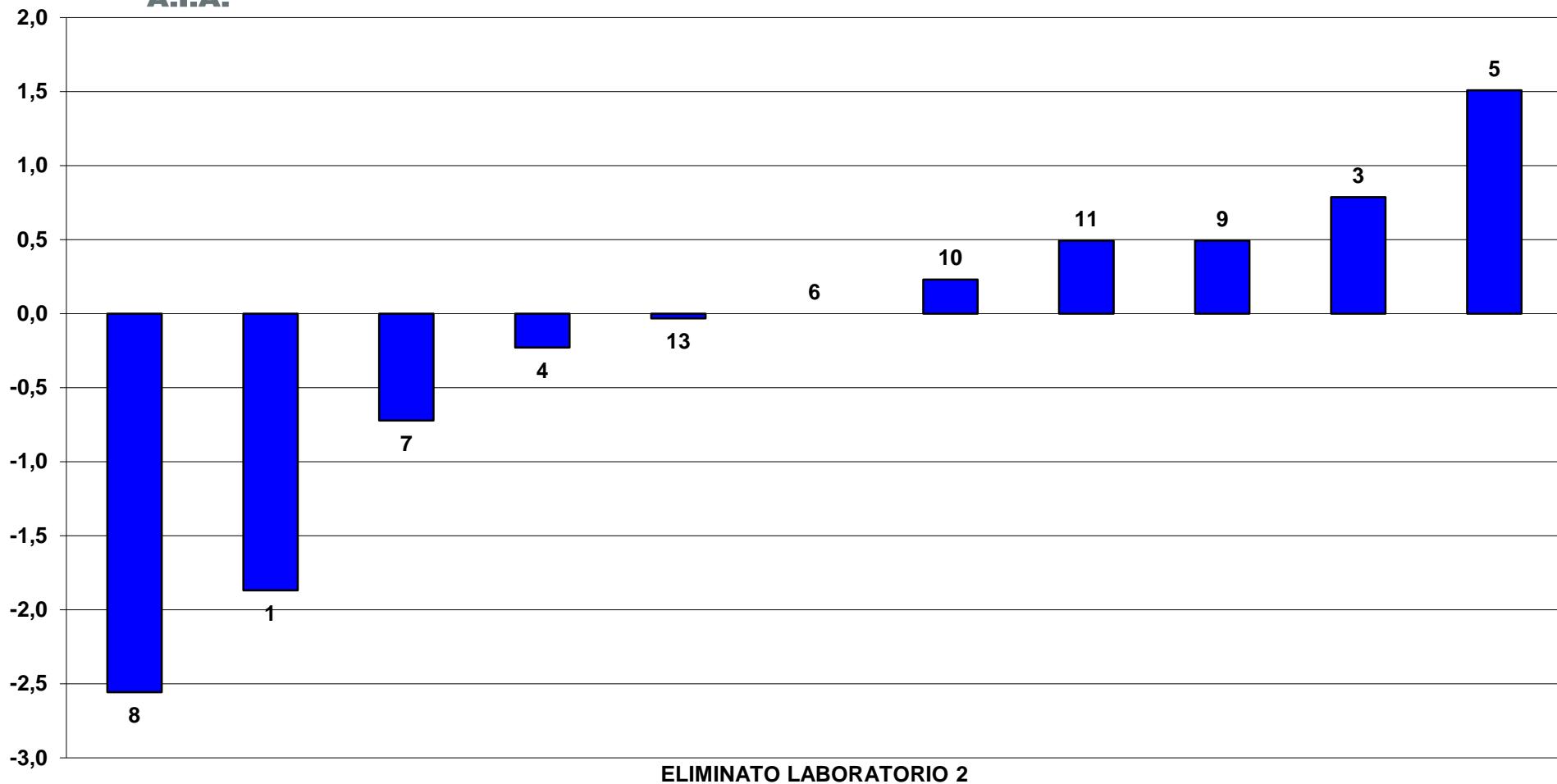
Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	r/R
3,5790	0,0380	0,1750	0,0140	0,0620	0,3970	1,5780	1,5210	0,2200

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	1	2	3,39	3,35	Outlier per Test di Grubbs
2	3	5	5,59	5,76	Outlier per Test di Cochran
3	3	1	5,35	5,26	Outlier per Test di Cochran
4	4	1	2,15	2,06	Outlier per Test di Cochran



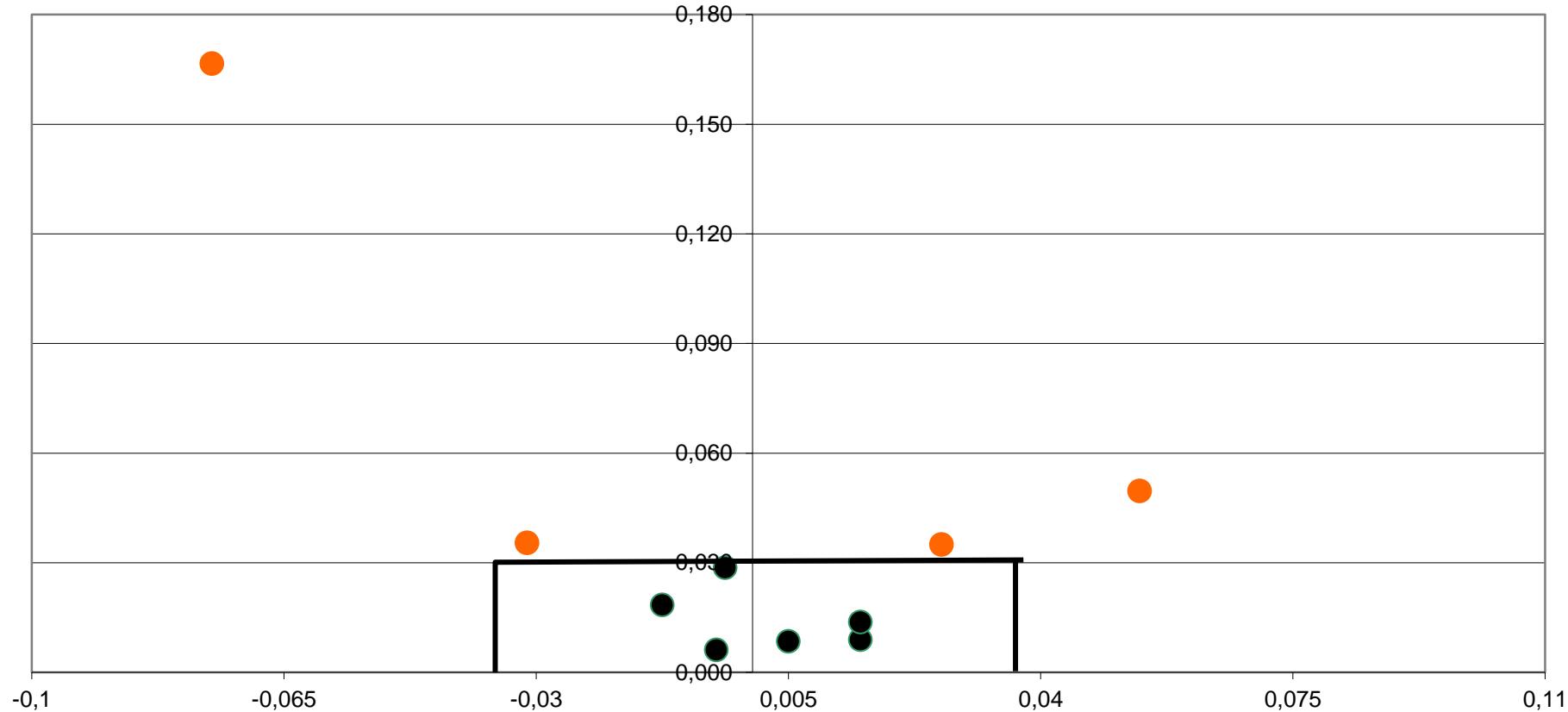
RING TEST METODI DI RIFERIMENTO OTTOBRE 2013
ORDINAMENTO LABORATORI
CONTENUTO IN GRASSO g/100g





RING TEST METODI DI RIFERIMENTO OTTOBRE 2013 CONTENUTO IN GRASSO g/100g

DEVIAZIONE STANDARD DELLE DIFFERENZE



DIFFERENZA DAL VALORE DI RIFERIMENTO
[LIMITI DEL TARGET: diff=+/-0,035; ds=0,030]
6 LABORATORI FUORI DAL TARGET (50%)
NON PRESENTI NEL GRAFICO LABORATORI 1-2



RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013

CONTENUTO IN PROTEINE g/100g

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	3,72	3,83	3,90	3,79	3,85	3,81	3,88	3,77	3,85	3,83	3,84	3,76	3,79
2	3,18	3,33	3,44	3,28	3,41	3,33	3,39	3,21	3,38	3,34	3,35	3,25	3,26
3	2,29	2,34	2,59	2,31	2,27	2,40	2,40	2,35	2,39	2,39	2,35	2,30	2,32
4	4,18	4,33	4,34	4,22	4,43	4,35	4,37	4,27	4,35	4,31	4,32	4,15	4,26
1	3,77	3,82	3,90	3,78	3,89	3,81	3,89	3,77	3,87	3,83	3,84	3,80	3,81
2	3,30	3,33	3,38	3,29	3,60	3,33	3,39	3,22	3,36	3,34	3,36	3,30	3,31
3	2,38	2,34	2,55	2,32	1,97	2,39	2,40	2,35	2,38	2,38	2,36	2,38	2,32
4	4,22	4,33	4,32	4,21	4,36	4,34	4,35	4,29	4,35	4,30	4,33	4,20	4,21

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

									MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL ASS
1	3,745	3,825	3,900	3,785	3,870	3,810	3,885	3,770	3,860	3,830	3,840	3,780	3,800
2	3,240	3,330	3,410	3,285	3,505	3,330	3,390	3,215	3,370	3,340	3,355	3,275	3,285
3	2,335	2,340	2,570	2,315	2,395	2,400	2,350	2,385	2,385	2,355	2,340	2,320	2,366
4	4,200	4,330	4,330	4,215	4,395	4,345	4,360	4,280	4,350	4,305	4,325	4,175	4,235
m lab	3,380	3,456	3,553	3,400	3,473	3,470	3,509	3,404	3,491	3,465	3,469	3,393	3,410
									3,441	3,380	3,509	0,044	3,456

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE ASSEGNAZIONATO

ZS CAMP.	-1,700	0,000	1,594	-0,850	0,956	-0,319	1,275	-1,169	0,744	0,106	0,319	-0,956	-0,531
ZS CAMP.	-1,168	0,000	1,038	-0,584	2,271	0,000	0,779	-1,493	0,519	0,130	0,324	-0,714	-0,584
ZS CAMP.	-0,497	-0,331	7,291	-1,160	-7,623	1,491	1,657	0,000	1,160	1,160	0,166	-0,331	-0,994
ZS CAMP.	-1,816	0,073	0,073	-1,598	1,017	0,291	0,509	-0,654	0,363	-0,291	0,000	-2,179	-1,308

ZS LAB	-1,721	0,000	2,172	-1,269	0,367	0,310	1,185	-1,185	0,790	0,197	0,282	-1,439	-1,044
ZS (ST FISSC)	-1,089	0,000	1,375	-0,804	0,232	0,196	0,750	-0,750	0,500	0,125	0,179	-0,911	-0,661

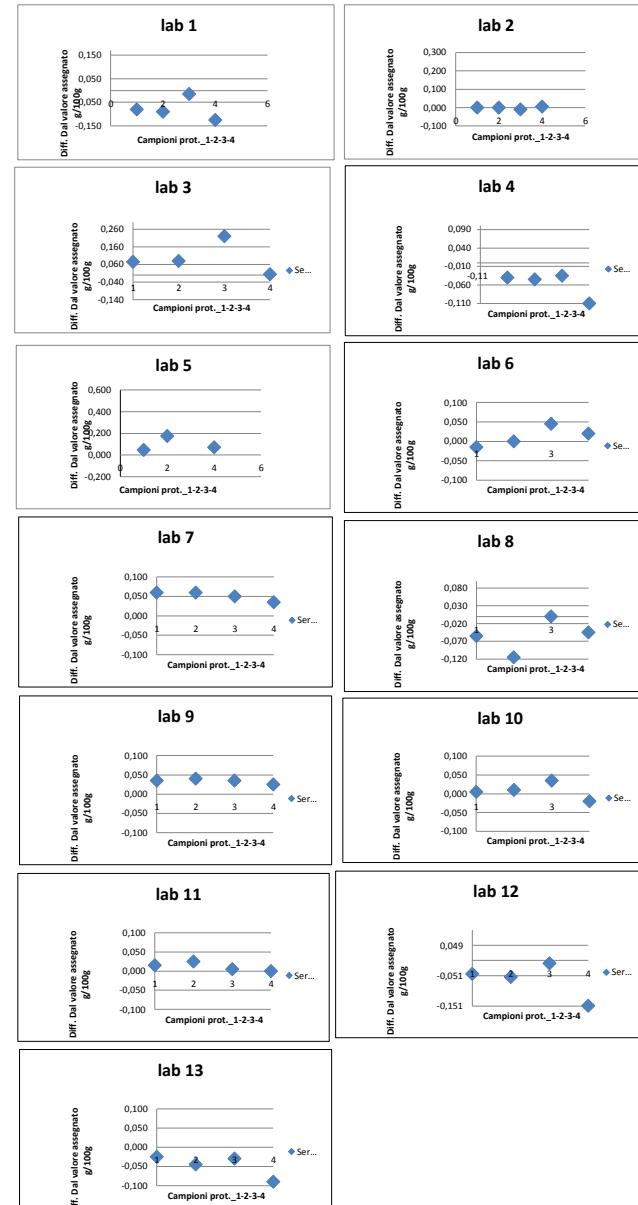
DIFFERENZE DAL VALORE ASSEGNAZIONATO

1	-0,080	0,000	0,075	-0,040	0,045	-0,015	0,060	-0,055	0,035	0,005	0,015	-0,045	-0,025
2	-0,090	0,000	0,080	-0,045	0,175	0,000	0,060	-0,115	0,040	0,010	0,025	-0,055	-0,045
3	-0,015	-0,010	0,220	-0,035	-0,230	0,045	0,050	0,000	0,035	0,035	0,005	-0,010	-0,030
4	-0,125	0,005	0,005	-0,110	0,070	0,020	0,035	-0,045	0,025	-0,020	0,000	-0,150	-0,090

m diff	-0,078	-0,001	0,095	-0,058	0,015	0,012	0,051	-0,054	0,034	0,007	0,011	-0,065	-0,048
st diff	0,046	0,006	0,090	0,035	0,173	0,026	0,012	0,047	0,006	0,023	0,011	0,060	0,030
D	0,090	0,006	0,131	0,067	0,173	0,029	0,053	0,072	0,034	0,024	0,016	0,088	0,056

SLOPE	0,980	1,000	1,010	0,990	1,356	1,031	1,000	0,892	1,010	1,010	1,021	0,980	0,961
BIAS	0,154	0,000	-0,115	0,078	-1,423	-0,104	-0,060	0,463	-0,074	-0,044	-0,094	0,120	0,173
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

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





RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013
CONTENUTO IN PROTEINE g/100g

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab. Out
1	13	3,8230	0,0460	0,1370	0,0160	0,0480	0,4230	1,2670	1,1950	
2	13	3,3330	0,1360	0,2380	0,0480	0,0840	1,4390	2,5250	2,0750	
3	11	2,3560	0,0740	0,1000	0,0260	0,0350	1,1080	1,5010	1,0130	!
4	13	4,2960	0,0640	0,2000	0,0220	0,0710	0,5230	1,6440	1,5590	

MEDIA GENERALI

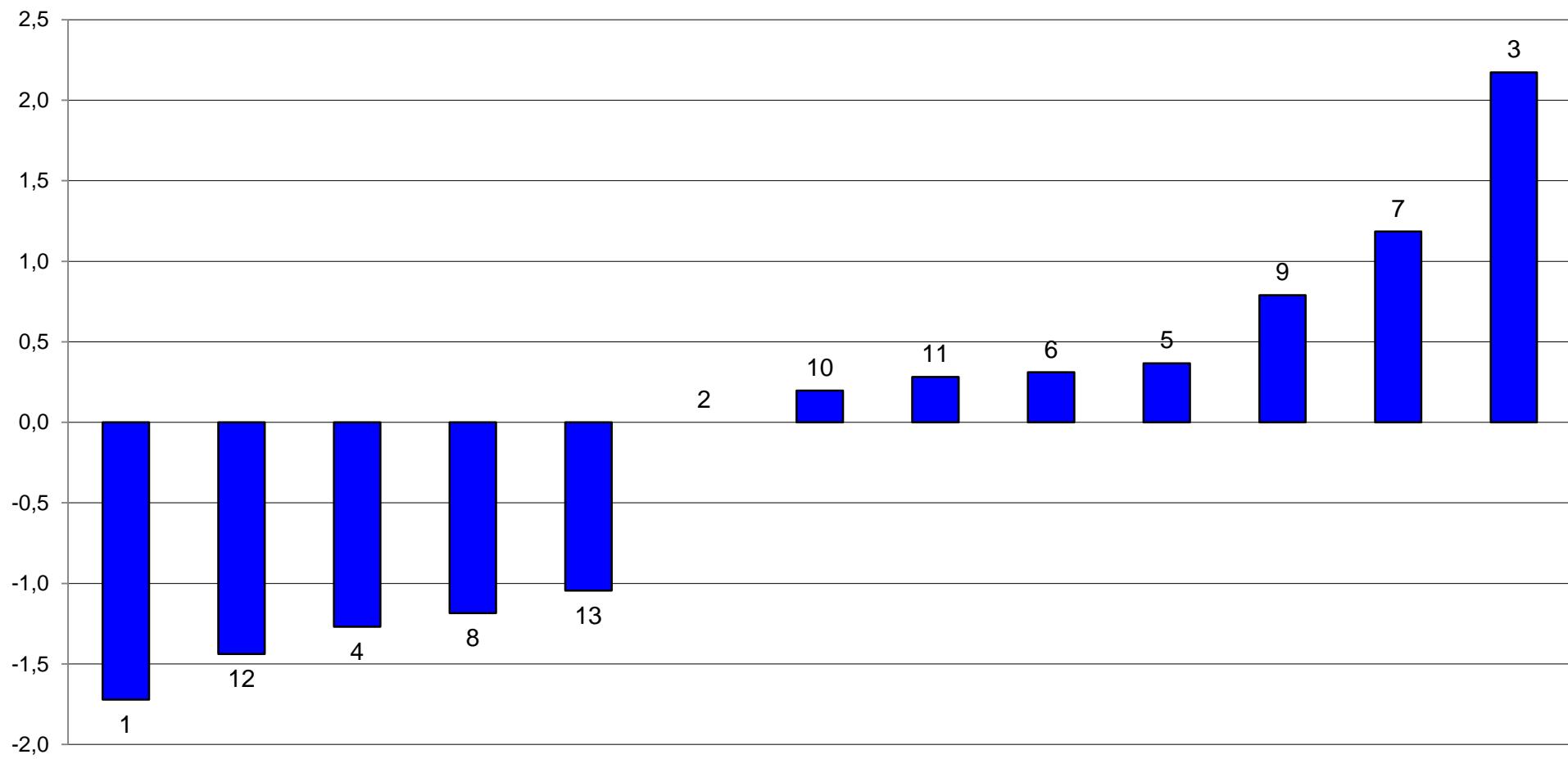
Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	r/R
3,4520	0,0870	0,1770	0,0300	0,0630	0,8730	1,7340	1,4610	0,4900

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	3	5	2,27	1,97	Outlier per Test di Cochran
2	3	3	2,59	2,55	Outlier per Test di Grubbs

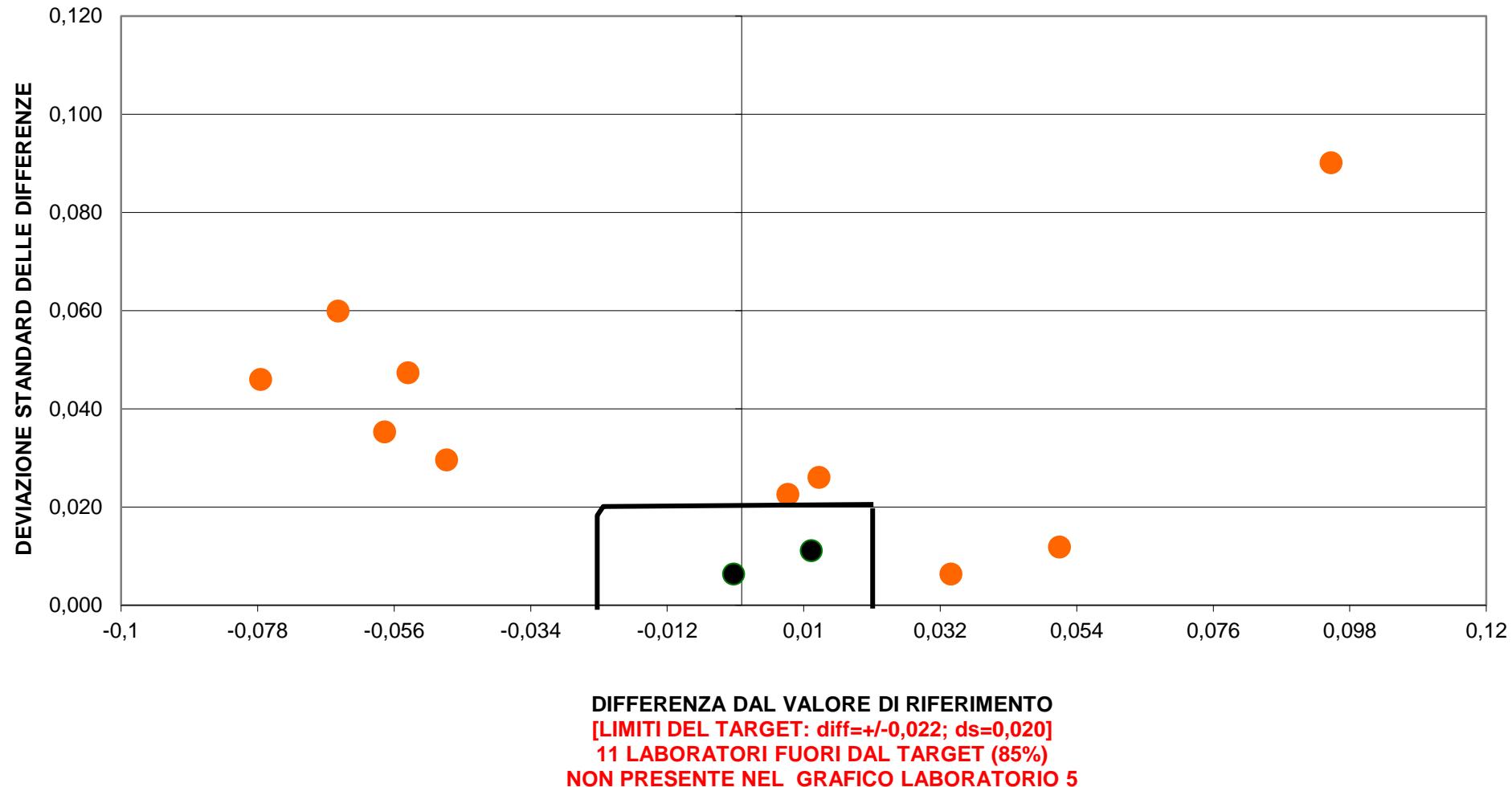


RING TEST METODI DI RIFERIMENTO OTTOBRE 2013
ORDINAMENTO LABORATORI
CONTENUTO IN PROTEINE g/100g





RING TEST METODI DI RIFERIMENTO OTTOBRE 2013 CONTENUTO IN PROTEINE g/100g



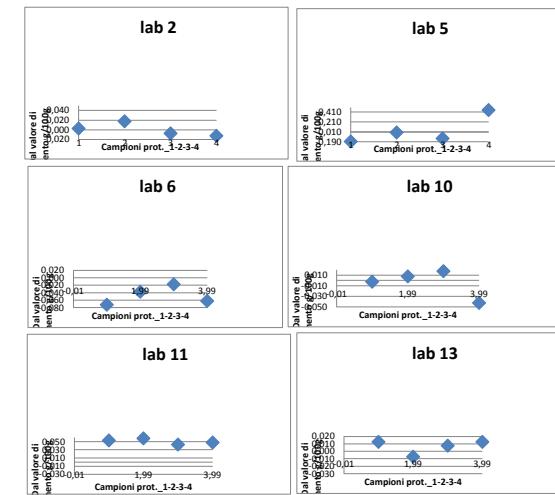


RING TEST RIFERIMENTO OTTOBRE 2013

CONTENUTO IN CASEINE g/100g

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	
MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI										MEDIA	MIN	MAX	ST	VAL RIF
1		2,98			2,77	2,91				2,99	3,03		2,99	
2		2,60			2,48	2,55				2,59	2,65		2,59	
3		1,82			1,87	1,82				1,86	1,87		1,84	
4		3,38			3,88	3,33				3,35	3,44		3,40	
1		2,99			2,82	2,91				2,97	3,04		3,00	
2		2,61			2,68	2,55				2,60	2,64		2,57	
3		1,83			1,54	1,81				1,84	1,88		1,84	
4		3,38			3,80	3,33				3,35	3,44		3,41	
m lab		2,699			2,730	2,651				2,694	2,749		2,705	2,702
ZS CAMP. 1	0,029				-2,180	-0,843				-0,029	0,610		0,145	
ZS CAMP. 2	0,551				-0,236	-1,181				0,236	1,812		-0,236	
ZS CAMP. 3	-0,126				-2,150	-0,295				0,295	0,717		0,126	
ZS CAMP. 4	-0,065				2,338	-0,327				-0,222	0,248		0,065	
ZS LAB	-0,093				0,841	-1,514				-0,243	1,402		0,093	
ZS (ST FISSO)	-0,104				0,937	-1,688				-0,271	1,562		0,104	
DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO														
1		0,002			-0,188	-0,073				-0,002	0,052		0,012	
2		0,018			-0,007	-0,038				0,007	0,058		-0,007	
3		-0,007			-0,128	-0,018				0,018	0,043		0,008	
4		-0,013			0,448	-0,063				-0,043	0,047		0,013	
m diff	0,000				0,031	-0,048				-0,005	0,050		0,006	
st diff	0,013				0,287	0,025				0,026	0,006		0,009	
D	0,013				0,289	0,054				0,027	0,050		0,011	
SLOPE	1,002				0,733	1,035				1,036	0,996		0,995	
BIAS	-0,006				0,697	-0,044				-0,091	-0,040		0,008	
CORREL.	0,999804				0,968	1,000				1,000	1,000		1,000	

LIMITI DI ISO17997-2/IDF29-2 D:1996 r=0,038 g/100g





RING TEST METODI DI RIFERIMENTO OTTOBRE 2013
ORDINAMENTO LABORATORI
CONTENUTO IN CASEINE g/100g

