

**CIRCUITI INTERLABORATORIO:
ESPERIENZA DI UN LABORATORIO PRIVATO
NELL'ORGANIZZAZIONE DI RING TEST**

**Ugo Paggi
Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**



IL SISTEMA ALLEVATORI

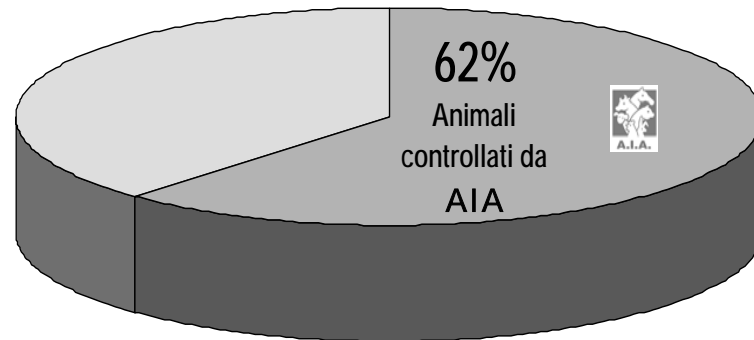
è presente sul territorio Nazionale:

- **95** organizzazioni provinciali
- **16** organizzazioni regionali
- **36** organizzazioni nazionali per specie, razze e attività

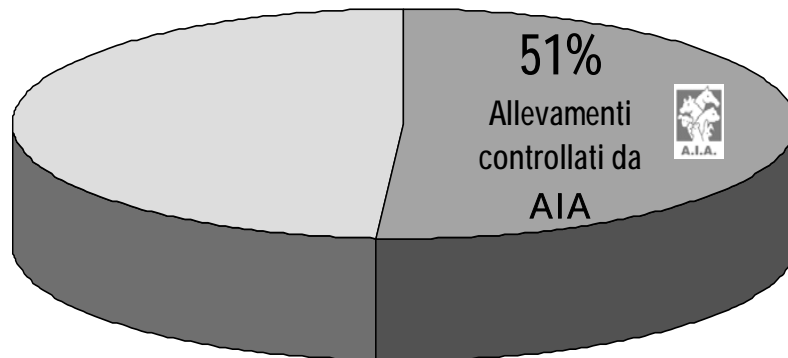




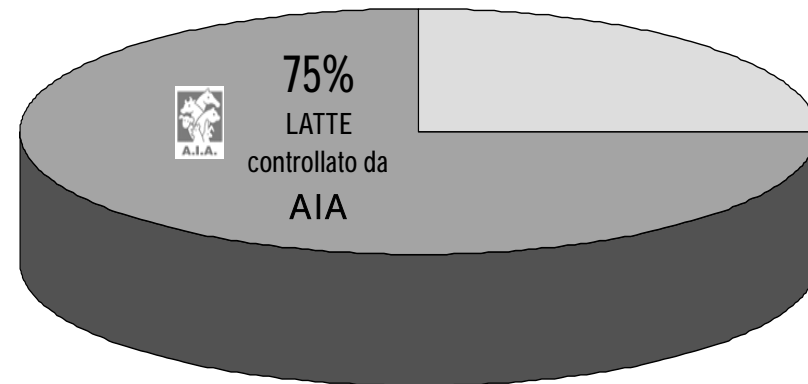
BOVINI DA LATTE IN BANCA DATI NAZIONALE



ALLEVAMENTI CON QUOTE LATTE



QUANTITA' LATTE ASSEGNATO CON LE QUOTE





Il Sistema degli Allevatori

**1100 TECNICI QUALIFICATI NEI
CONTROLLI FUNZIONALI e 150 NEL
CONTROLLO DEGLI IMPIANTI DI
MUNGITURA**





Il Sistema degli Allevatori

**1000 TECNICI QUALIFICATI
NELL'ASSISTENZA TECNICA DELLE
AZIENDE**





LABORATORIO STANDARD LATTE



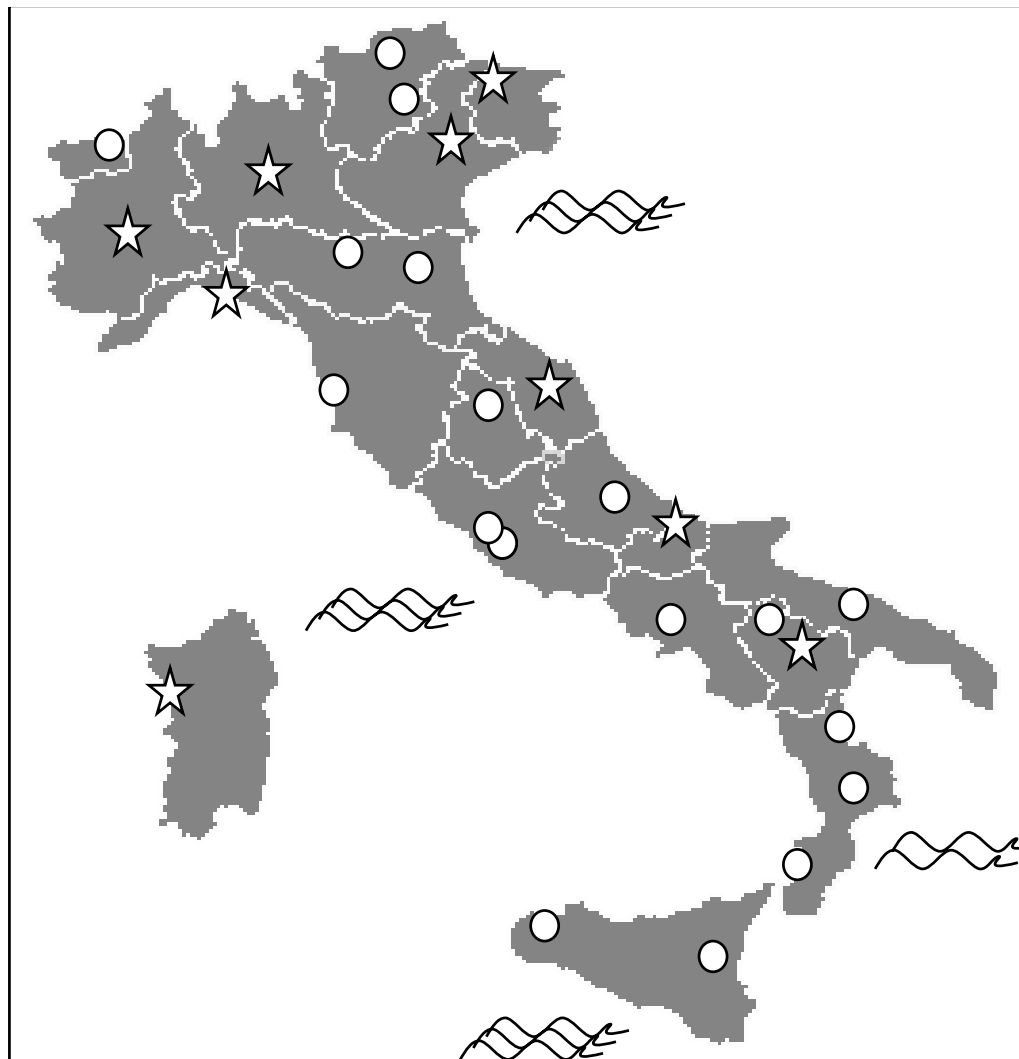
- **FONDATA NEL 1990 CON IL CONTRIBUTO DEL MIPAF**

- **COORDINARE, STANDARDIZZARE E CONTROLLARE L'ACCURATEZZA ANALITICA DEI 26 LABORATORI DELLE AA.**



www.aia.it/IsI





- Laboratorio Standard Latte
- Laboratori C. F.
- ☆ Laboratori C.F. + Latte Qualità

Totale 25 + 1



L'ATTIVITA' DEL LSL



**PROGETTAZIONE, PREPARAZIONE E
DISTRIBUZIONE DI MATERIALI DI RIFERIMENTO
NEL SETTORE LATTIERO CASEARIO**

**PROGETTAZIONE E ORGANIZZAZIONE DELLE
PROVE INTERLABORATORIO**

IL SGQ DEL LABORATORIO E' CERTIFICATO UNI EN ISO 9001: 2000

IL LABORATORIO E' ACCREDITATO SINAL PER 12 PROVE

CLIENTI



- 24 ASSOCIAZIONI ALLEVATORI
- 135 INDUSTRIE LATTIERO-CASEARIE
- 45 ISTITUTI PUBBLICI (IZS, ARPA, UNIV)
- 43 LABORATORI PRIVATI

TOTALE: 247 CLIENTI

ATTIVITA' "DELICATA"



LA CORRETTA INDIVIDUAZIONE DEI CONTENUTI DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO HA RIPERCUSSIONI SU:

**CONTROLLI FUNZIONALI (SELEZIONE)
PAGAMENTO LATTE QUALITA'
LIMITI LEGALI**

LSL PRODUCE 26 DIFFERENTI MATERIALI DI RIFERIMENTO



- ◆ 55.000 MR LATTE BOVINO, OVI-CAPRINO E BUFALINO (GRASSO, PROTEINE E LATTOSIO)
- ◆ 23.000 MR CCS
- ◆ 1.700 MR UREA

**COMPLESSIVAMENTE (MR+RT) A FINE DEL 2005
IL LABORATORIO PREPARERA' CIRCA 98. 000
CAMPIONI CON UN APPROVVIGIONAMENTO DI
DI CIRCA 13.000 LITRI DI LATTE**



**IL LABORATORIO STANDARD LATTE
E' IMPEGNATO NEGLI ORGANISMI
INTERNAZIONALI DEL
SETTORE LATTIERO CASEARIO**

COINVOLGIMENTO DEL LABORATORIO IN GRUPPI INTERNAZIONALI



AIA - LSL

ICAR

FIL/IDF - ISO

***2005-2006 IL LSL ORGANIZZERA' 6 C.S. COINVOLGENDO
78 LABORATORI ESTERI***



"LANCIO" DI UN RING TEST

- ✓ **RILEVAZIONE DELLE ESIGENZE DEL CLIENTE**

- ✓ **PROGETTAZIONE DEL RING TEST**

**FASE PIU' IMPORTANTE PERCHE' PROGETTAZIONI
ERRATE CONDUCONO AL
100% DI NON CONFORMITA'**



FASI DELLA PROGETTAZIONE

- **MATRICE, ANALITA, CONCENTRAZIONE E METODO/I DI PROVA**
- **CAMPO DI MISURA**
- **NUMERO DEI CAMPIONI E QUANTITA' DI MATERIALE PER CAMPIONE**
- **DATA DI INIZIO E CADENZA ANNUALE**
- **METODOLOGIA CONTROLLO OMOGENEITA' CAMPIONI**
- **CONTENITORI DEI CAMPIONI (PROVETTE) E MODALITA' DI IMBALLAGGIO**



FASI DELLA PROGETTAZIONE

- + DEFINIZIONE DELLA SHELF LIFE E MODALITA' DI CONTROLLO**
- + PROTOCOLLO OPERATIVO**
- + DEFINIZIONE DELLO STANDARD DI ELABORAZIONE STATISTICA**
- + ANONIMATO**



REALIZZAZIONE DEL RING TEST

- **COMUNICAZIONE E RACCOLTA DELLE ADESIONI**
- **PROTOCOLLO OPERATIVO E DOCUMENTI DI SPEDIZ.**
- **ALLESTIMENTO DEI CAMPIONI E DELLE CONFEZIONI**
- **SPEDIZIONE E MONITORAGGIO DELLE CONSEGNE**
- **RACCOLTA RISULTATI**
- **ELABORAZIONE STATISTICA**
- **INVIO RISULTATI**

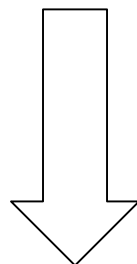


**PER REALIZZARE QUANTO SOPRA
ALCUNE NORME DI RIFERIMENTO SONO:**

- **ISO/IEC GUIDE 43-1 E 43-2 (1997)**
- **ILAC G13: 2000**
- **FIL/IDF 135B: 1991**
- **ISO 5725: 1994**



L'ATTENZIONE AL CLIENTE



**ELABORAZIONE STATISTICA DEI
RISULTATI**



**ABBIAMO FATTO TESORO DELLA
NOSTRA PARTECIPAZIONE AI
PRINCIPALI RING TEST
INTERNAZIONALI**

- * ICAR**
- * FIL/IDF**
- * CECALAIT**
- * MUVA**
- * AFEMA**



ABBIAMO "PRESO VISIONE" DEGLI SCHEMI

- **FAPAS**
- **QM**
- **DHIA**

**ABBIAMO CONSIDERATO IL
NOSTRO STATO D'ANIMO.....**



E A SETTEMBRE 2001 E' NATO

D ati

A analisi

M etodi

O rganizzazione

C onfronti

L aboratori

E sperti



**Associazione Italiana Allevatori
Laboratorio Standard Latte**

PROGRAMMA

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

RING TEST METODI DI ROUTINE SETTEMBRE 2005



**NEL 2005 IL LABORATORIO
STANDARD LATTE**

ORGANIZZERA' 50 RING TEST IN ITALIA



Ring Test Metodi Analisi di Routine

11 parametri e 70 partecipanti

(grasso, proteine, caseina, lattosio, cellule somatiche, urea, pH, acidità titolabile, residuo secco, crioscopia, inibenti)

80 pagine

31 grafici

36 tabelle

6 volte l'anno

42.000 dati elaborati l'anno



PARALLELAMENTE ALLA COMPLETA REVISIONE DELLO SCHEMA DI ELABORAZIONE STATISTICA

DAL 2001 ELABORATO UN NUOVO SOFTWARE PER:

- * TRASMISSIONE AL LSL DEI RISULTATI CON E MAIL**
- * TRASMISSIONE DELL'ELABORATO PER E MAIL**
- * POSSIBILITA' DI "SCARICARE" L'ELABORATO DAL
SITO**



VALORE "VERO"

- ➔ **MEDIA DOPO ELIMINAZIONE OUTLIER**
- ➔ **MEDIA DEI RISULTATI DI UN GRUPPO DI LABORATORIO**
- ➔ **MEDIANA**

MEDIANA = VALORE DI RIFERIMENTO



RING TEST DI

CONTENUTO IN

1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
2	1	2,39	2,53	2,58	2,55	2,50	2,54	2,45	2,45	2,50	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	3,56	3,51	3,53	3,42	3,44	3,54	3,40	3,40	3,49	3,58	3,58	3,58
	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	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	3,78	4,00	3,97	3,90	3,84	3,98	3,85	3,85	3,91	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
	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

MEDIA	MIN	MAX	DS	VAL RIF
2,512	2,385	2,575	0,057	2,540
3,935	3,785	4,005	0,069	3,965
3,501	3,385	3,565	0,069	3,520
3,458	3,330	3,525	0,071	3,490
3,351	3,261	3,409	0,057	3,388

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI													
3	1	2,385	2,540	2,575	2,555	2,500	2,545	2,435	2,435	2,540	2,540	2,540	2,520
	2	3,785	3,985	3,975	3,915	3,840	3,975	3,895	3,895	3,915	4,005	4,005	3,965
	3	3,555	3,520	3,520	3,420	3,445	3,540	3,385	3,385	3,490	3,565	3,565	3,565
	4	3,435	3,515	3,490	3,385	3,430	3,495	3,330	3,330	3,460	3,525	3,525	3,510
m lab	3,290	3,390	3,390	3,319	3,304	3,330	3,330	3,330	3,330	3,400	3,409	3,409	3,388

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO														
7	ZS CAMP,1	-2,718	0,000	0,614	0,263	-0,701	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	-1,015	-1,015	-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	-1,470	-0,840	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 (DS FISSA)	-3,250	0,083	0,083	-2,292	-2,792	0,042	-4,208	-4,208	-1,250	0,708	0,708	0,708	0,000	

DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO CALCOLATO														
8	1	-0,155	0,000	0,035	0,015	-0,040	0,005	-0,105	-0,105	0,000	0,000	0,000	0,000	-0,020
	2	-0,180	0,020	0,010	-0,050	-0,125	0,010	-0,070	-0,070	-0,055	0,040	0,040	0,040	0,000
	3	0,035	0,000	0,000	-0,100	-0,075	0,020	-0,135	-0,135	-0,030	0,045	0,045	0,045	0,035
	4	-0,055	0,025	0,000	-0,105	-0,060	0,005	-0,160	-0,160	-0,030	0,035	0,035	0,035	0,020
9	m diff	-0,089	0,011	0,011	-0,060	-0,075	0,010	-0,118	-0,118	-0,029	0,030	0,030	0,030	0,009
	ds diff	0,099	0,013	0,017	0,056	0,036	0,007	0,039	0,039	0,022	0,020	0,020	0,020	0,024
	D	0,133	0,017	0,020	0,082	0,083	0,012	0,124	0,124	0,037	0,036	0,036	0,036	0,025
SLOPE	0,955	0,986	1,022	1,061	1,055	0,995	0,987	0,987	1,038	0,970	0,970	0,970	0,977	
BIAS	0,238	0,035	-0,086	-0,143	-0,106	0,006	0,161	0,161	-0,099	0,074	0,074	0,074	0,068	
CORREL.	0,988	1,000	1,000	0,997	1,000	1,000	0,998	0,998	1,000	1,000	1,000	1,000	0,999	

Pagina 1

MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI			
	1	2	3
1	4,89	4,84	4,89
2	3,76	3,70	3,72
3	3,82	3,76	3,82
4	4,25	4,07	4,24
5	3,97	3,86	3,93
6	4,39	4,35	4,35
7	4,31	4,26	4,27
8	3,90	3,83	3,91
9	3,82	3,74	3,80
10	2,64	2,47	2,67
m lab	3,975	3,888	3,960

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO			
ZS CAMP,1	0,669	-0,167	0,669
ZS CAMP,2	1,574	0,225	0,675
ZS CAMP,3	0,932	-0,466	0,932
ZS CAMP,4	1,459	-1,824	1,276
ZS CAMP,5	1,444	-0,674	0,674
ZS CAMP,6	1,378	0,530	0,530
ZS CAMP,7	0,165	-0,662	-0,496
ZS CAMP,8	0,584	-1,051	0,817
ZS CAMP,9	1,194	-0,398	0,796
ZS CAMP,10	1,039	-2,494	1,663
ZS LAB	1,240	-1,105	0,835
ZS (DS FISSA)	1,533	-1,367	1,033



MEDIA DELLE DUE RIPETIZIONI

	1	2	3
1	4,89	4,84	4,89
2	3,76	3,70	3,72
3	3,82	3,76	3,82
4	4,25	4,07	4,24
5	3,97	3,86	3,93
6	4,39	4,35	4,35
7	4,31	4,26	4,27
8	3,90	3,83	3,91
9	3,82	3,74	3,80
10	2,64	2,47	2,67
m lab	3,975	3,888	3,960

Z SCORE CALCOLATO CON IL VALORE DI RIFERIMENTO

ZS CAMP,1	0,669	-0,167	0,669
ZS CAMP,2	1,574	0,225	0,675
ZS CAMP,3	0,932	-0,466	0,932
ZS CAMP,4	1,459	-1,824	1,276
ZS CAMP,5	1,444	-0,674	0,674
ZS CAMP,6	1,378	0,530	0,530
ZS CAMP,7	0,165	-0,662	-0,496
ZS CAMP,8	0,584	-1,051	0,817
ZS CAMP,9	1,194	-0,398	0,796
ZS CAMP,10	1,039	-2,494	1,663
ZS LAB	1,240	-1,105	0,835
ZS (DS FISSA)	1,533	-1,367	1,033

LO Z SCORE E' CALCOLATO CON LA SEGUENTE FORMULA:



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

DOVE:

m \longrightarrow **media dei risultati di analisi di ogni singolo laboratorio**

VAL RIF \longrightarrow **valore di riferimento (mediana)**

DS \longrightarrow **scarto tipo o deviazione standard dalla media**

VALUTAZIONE DEI RISULTATI



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

The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical laboratories (Pure & Appl. Chem. Vol 65, n.9 pp 2123-2144, 1993)



DIFFERENZE DAL VALORE DI RIFERIMENTO

1	0,040	-0,010	0,040
2	0,070	0,010	0,030
3	0,040	-0,020	0,040
4	0,080	-0,100	0,070
5	0,075	-0,035	0,035
6	0,065	0,025	0,025
7	0,010	-0,040	-0,030
8	0,025	-0,045	0,035
9	0,060	-0,020	0,040
10	0,050	-0,120	0,080
m diff	0,052	-0,035	0,037
ds diff	0,023	0,045	0,029
D	0,056	0,057	0,047
SLOPE	1,003	0,957	1,023
BIAS	-0,065	0,204	-0,127
CORREL.	0,999	0,998	0,999

RISULTATI GENERALI DEL RING TEST

Media	Min	Max	DS	VAL. RIF
4,85	4,64	4,96	0,060	4,85
3,69	3,53	3,78	0,044	3,69
3,78	3,65	3,88	0,043	3,78
4,17	4,05	4,27	0,055	4,17
3,89	3,77	4,06	0,052	3,90
4,32	4,19	4,41	0,047	4,33
4,31	4,17	4,48	0,060	4,30
3,87	3,75	3,95	0,043	3,88
3,77	3,64	3,91	0,050	3,76
2,59	2,43	2,74	0,048	2,59
3,923	3,807	3,995	0,037	3,929



RING TEST ROUTINE LUGLIO 2005

CONTENUTO IN PROTEINE g/100g

RIPETIBILITA' - RIPRODUCIBILITA' - OUTLIERS



A.I.A.

Campione	Lab. Utili	Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	Lab. Out
1	62	3,385	0,025	0,097	0,009	0,034	0,260	1,008	0,974	!
2	61	2,851	0,021	0,095	0,008	0,033	0,266	1,172	1,141	!
3	51	2,811	0,020	0,095	0,007	0,034	0,252	1,198	1,171	!
4	62	3,048	0,017	0,086	0,006	0,030	0,193	0,999	0,981	!
5	59	2,838	0,019	0,050	0,007	0,018	0,241	0,621	0,573	!
6	60	2,960	0,022	0,064	0,008	0,023	0,265	0,763	0,715	!
7	58	3,027	0,018	0,056	0,006	0,020	0,215	0,648	0,612	!
8	60	3,082	0,019	0,055	0,007	0,019	0,214	0,627	0,590	!
9	61	3,349	0,017	0,091	0,006	0,032	0,181	0,957	0,940	!
10	60	2,889	0,018	0,077	0,006	0,027	0,217	0,947	0,922	!

MEDIE GENERALI

Media	r	R	Sr	SR	RSDr	RSDR	RSDL	r/R
3,0240	0,0200	0,0790	0,0070	0,0280	0,2300	0,8940	0,8620	0,2500

LABORATORI OUTLIERS

OBS	CAMP	LAB	RIP1	RIP2	Test
1	1	20	3,54	3,56	Outlier per Test di Grubbs
2	2	20	2,99	3,00	Outlier per Test di Grubbs
3	2	64	2,98	2,98	Outlier per Test di Grubbs
4	3	30	2,71	2,71	Outlier per Test di Grubbs
5	3	4	2,73	2,72	Outlier per Test di Grubbs
6	3	3	2,73	2,72	Outlier per Test di Grubbs
7	3	25	2,75	2,75	Outlier per Test di Grubbs
8	3	24	2,76	2,76	Outlier per Test di Grubbs
9	3	33	2,75	2,77	Outlier per Test di Grubbs
10	3	37	2,77	2,75	Outlier per Test di Grubbs
11	3	8	2,76	2,77	Outlier per Test di Grubbs
12	3	75	2,77	2,76	Outlier per Test di Grubbs
13	3	19	2,76	2,78	Outlier per Test di Grubbs

LEGENDA

r	ripetibilita'
R	riproducibilita'
Sr	deviazione standard della ripetibilita'
SR	deviazione standard della riproducibilita'
RSDr	ripetibilita' espressa in unita' di media
RSDR	riproducibilita' espressa in unita' di media
RSDL	frazione di RSDR dovuta alla differenza fra i laboratori
OUT	outlier



ORDINAMENTO LABORATORI

RING TEST RIFERIMENTO GIUGNO 2005

GRASSO				PROTEINE			
ORD	LAB	D	%	ORD	LAB	D	%
1	10	0,008	12%	1	3	0,005	9%
2	4	0,010	15%	2	9	0,015	28%
3	2	0,017	25%	3	10	0,021	40%
4	8	0,030	44%	4	5	0,022	41%
5	9	0,033	49%	5	4	0,028	53%
6	3	0,051	75%	6	7	0,037	69%
7	6	0,052	76%	7	2	0,041	76%
8	7	0,053	77%	8	8	0,046	86%
9	1	0,068	100%	9	1	0,054	100%
				10	6	0,054	100%

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

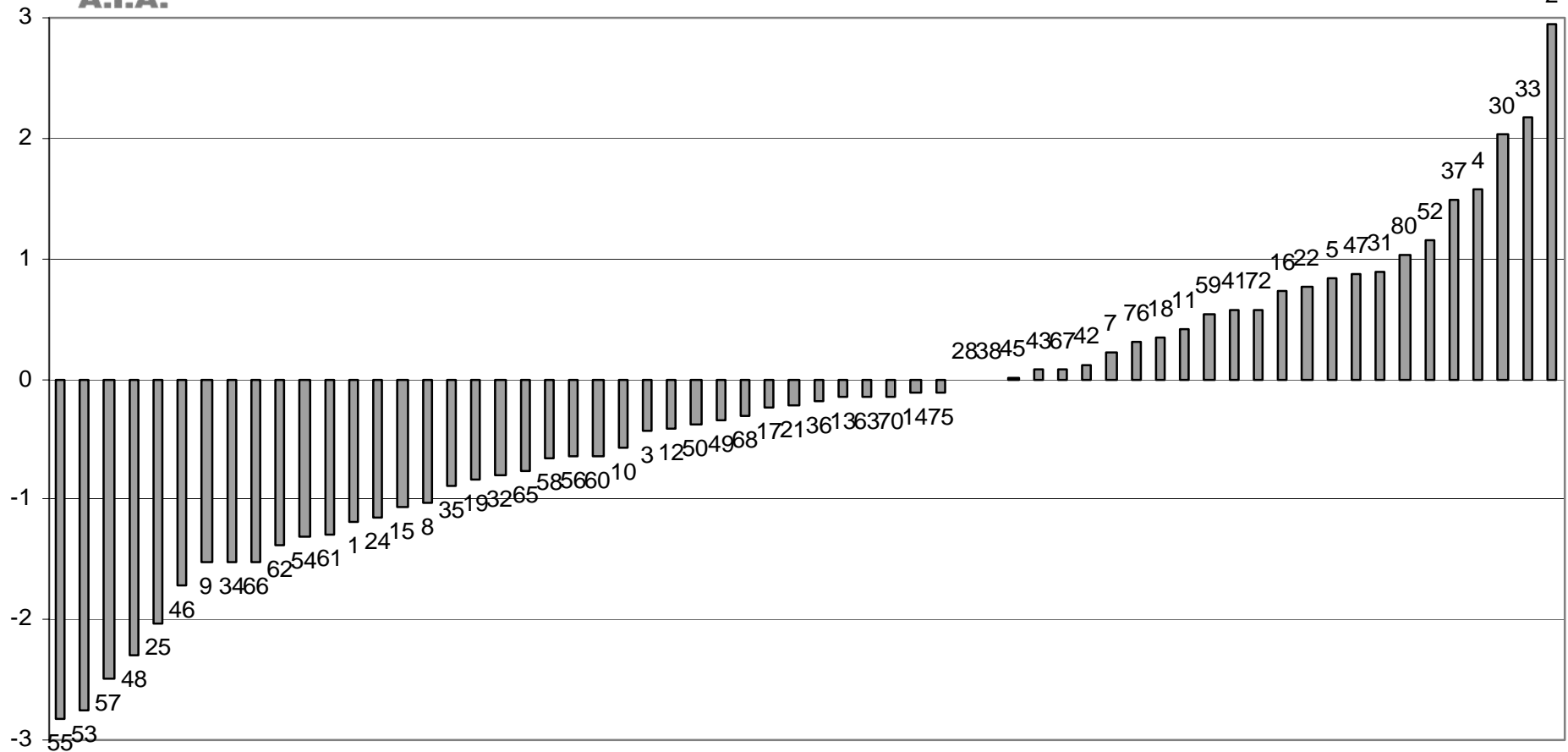
$$\sqrt{(m \text{ diff})^2 + ds^2}$$

dove **m diff** = m lab - valore di riferimento;
ds = deviazione standard delle differenze

I VALORI ALL'INTERNO DEL RIQUADRO SONO RELATIVI A LABORATORI CHE NON SONO RIPORTATI NEL RANKING I LABORATORI CHE SI DISCOSTANO PIU' DEL 30% DALL'ULTIMO LABORATORIO CLASSIFICATO



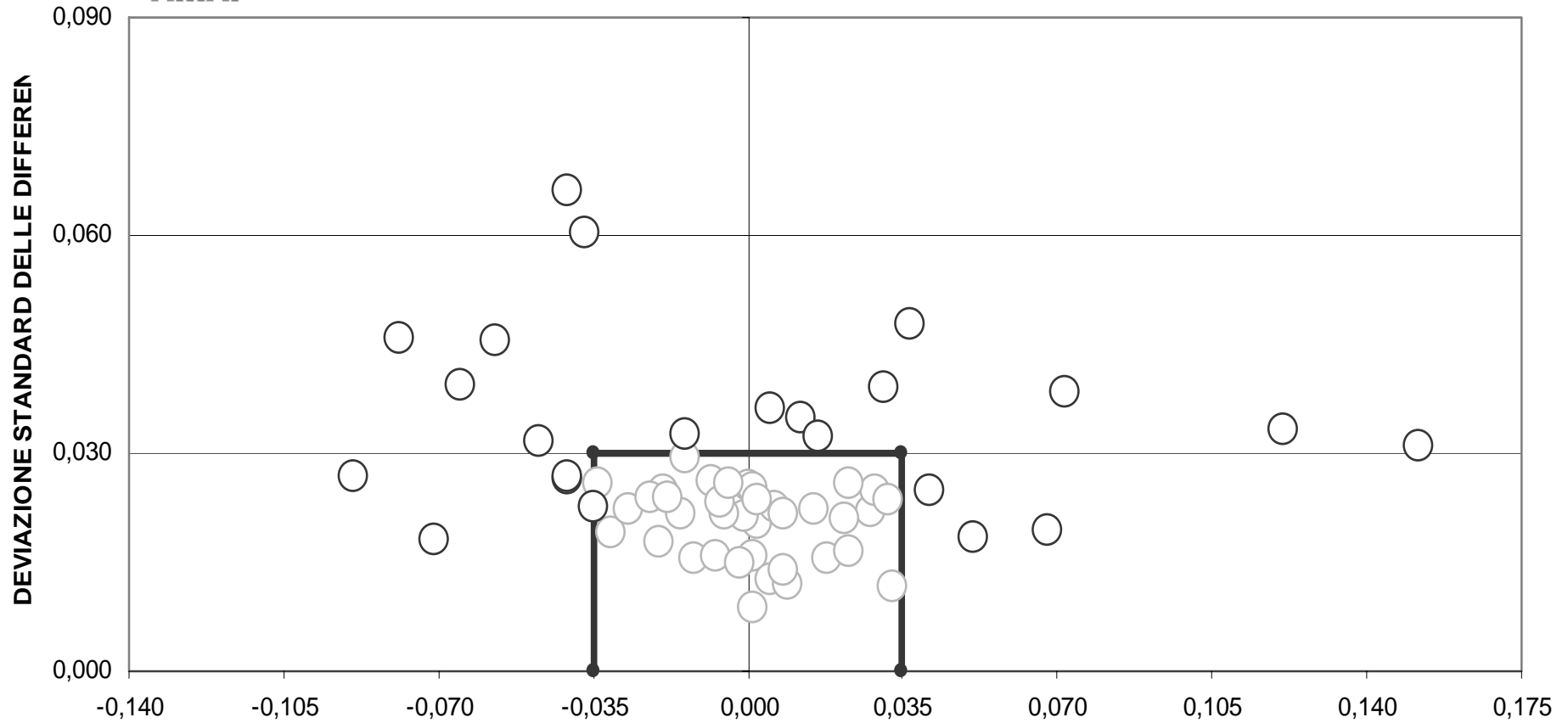
RING TEST METODI DI ROUTINE LUGLIO 2005
ORDINAMENTO LABORATORI
CONTENUTO IN GRASSO g/100g



ELIMINATI LABORATORI 20-29-64-71



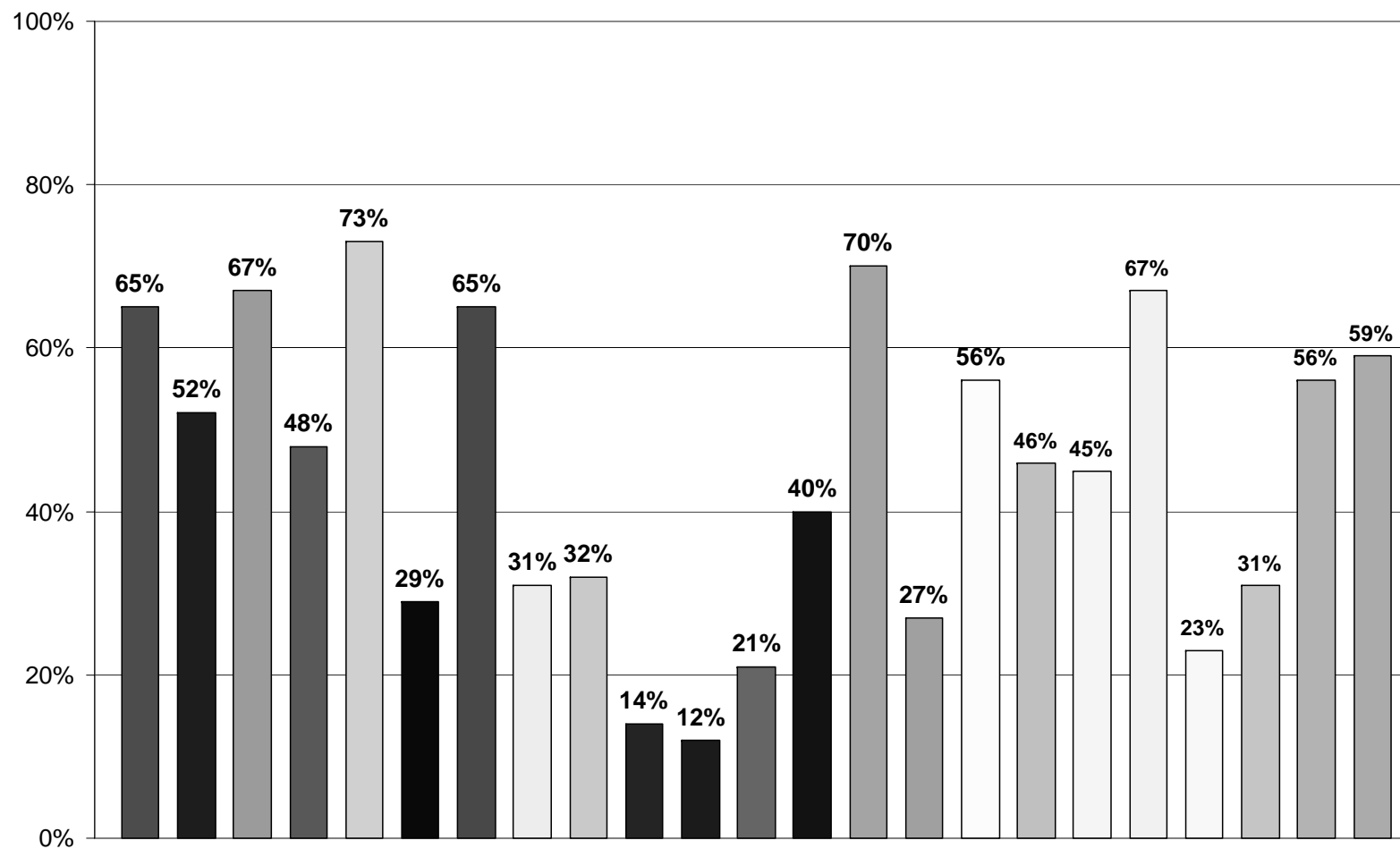
RING TEST METODI DI ROUTINE LUGLIO 2005
CONTENUTO IN GRASSO g/100g



DIFFERENZA DAL VALORE DI RIFERIMENTO
[LIMITI DEL TARGET: diff= \pm 0,035; ds=0,030]
ELIMINATI LABORATORI 2-8-24-55-64
29 LABORATORI FUORI DAL TARGET (44%)

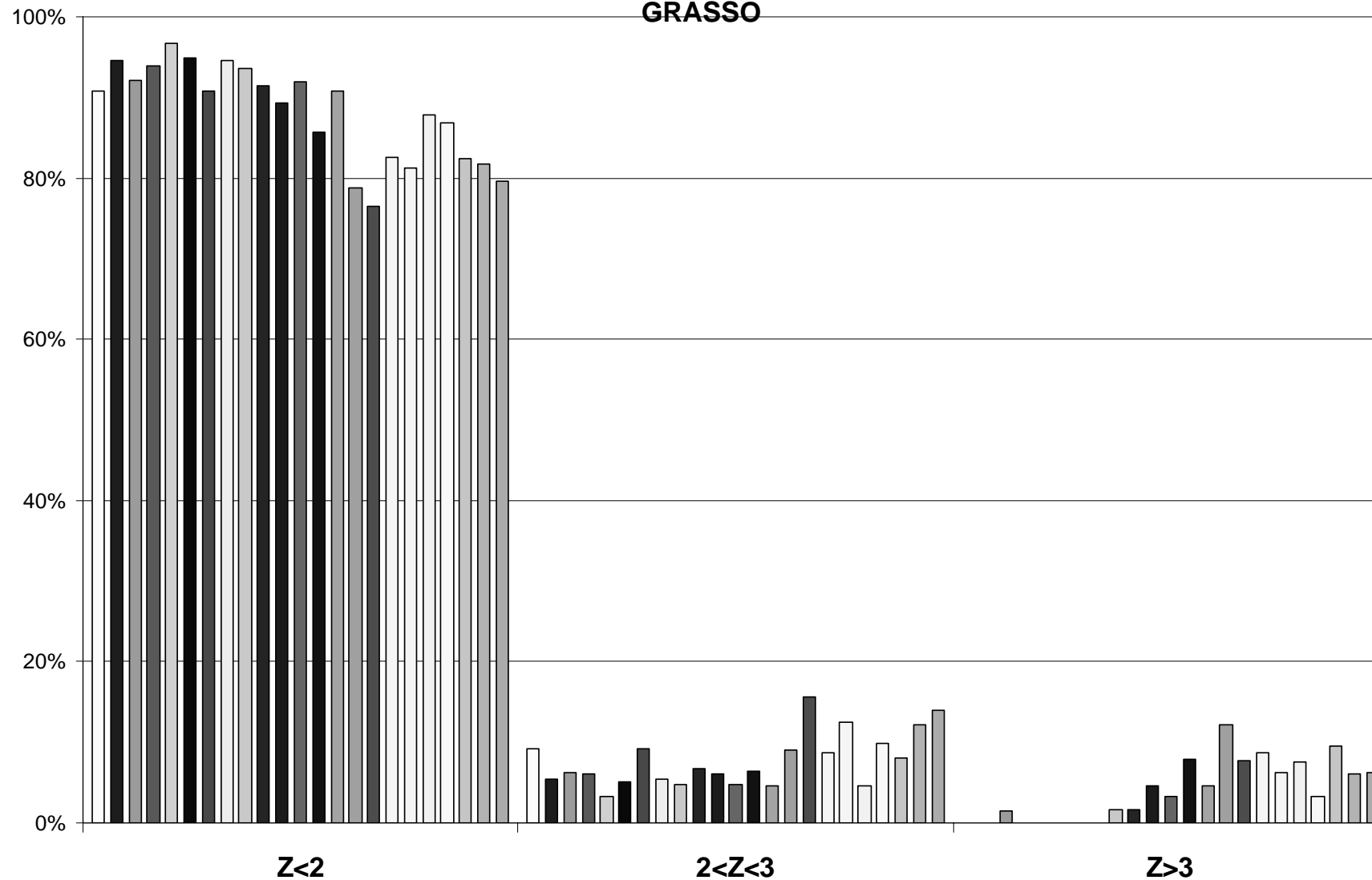


RING TEST ROUTINE DA GENNAIO 2002 A SETTEMBRE 2005
LABORATORI COMPRESI NEL TARGET
GRASSO (diff=+/-0,035 0,030)





RING TEST ROUTINE DA GENNAIO 2002 A SETTEMBRE 2005
FREQUENZE % CLASSI Z SCORE
GRASSO

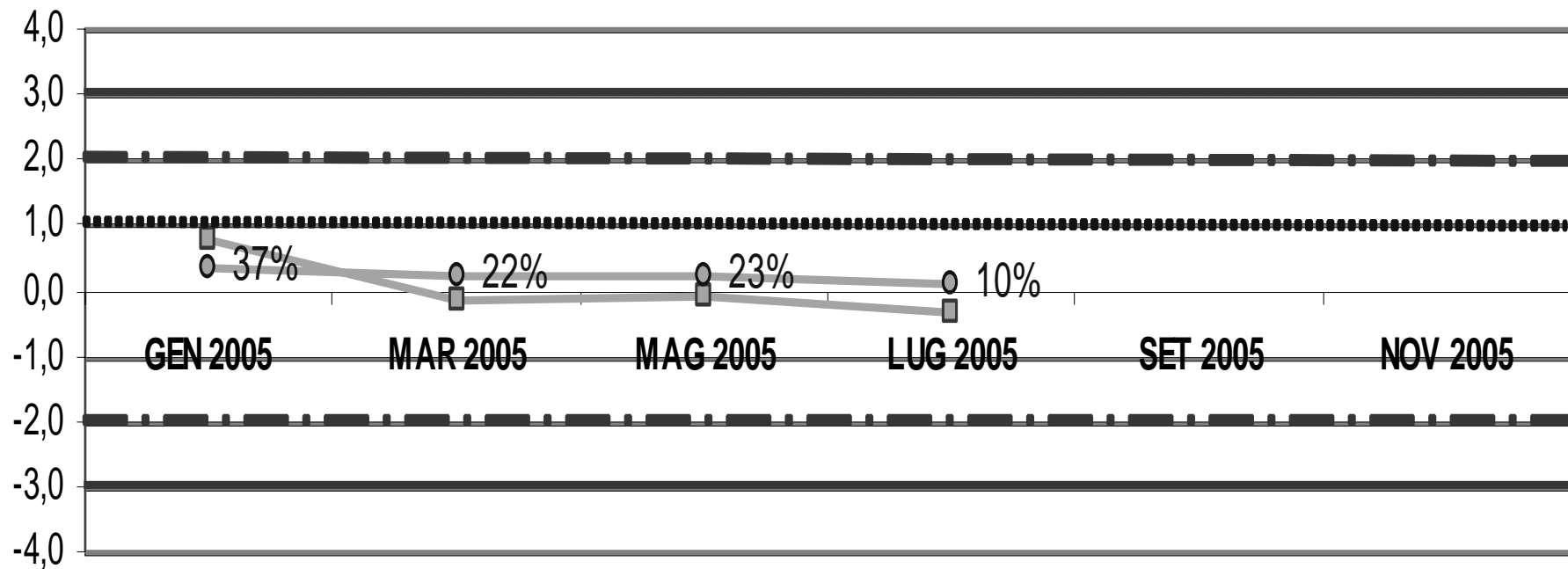




**PROGRAMMA DAMOCLE
RING TEST ROUTINE ANNO 2005
CONTENUTO IN GRASSO g/100g**

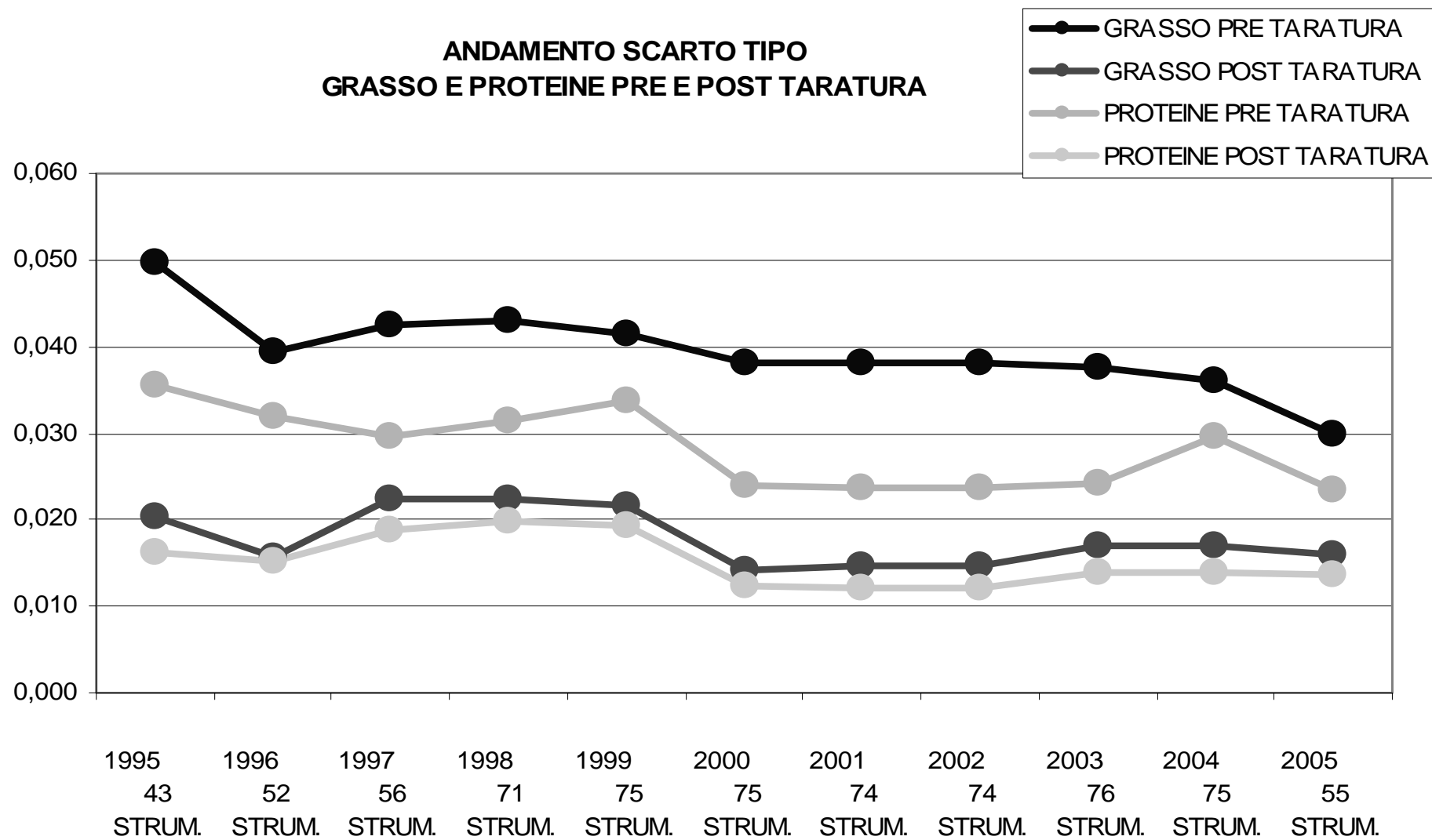
—■— ZSCORE DS FISSA

—○— % D



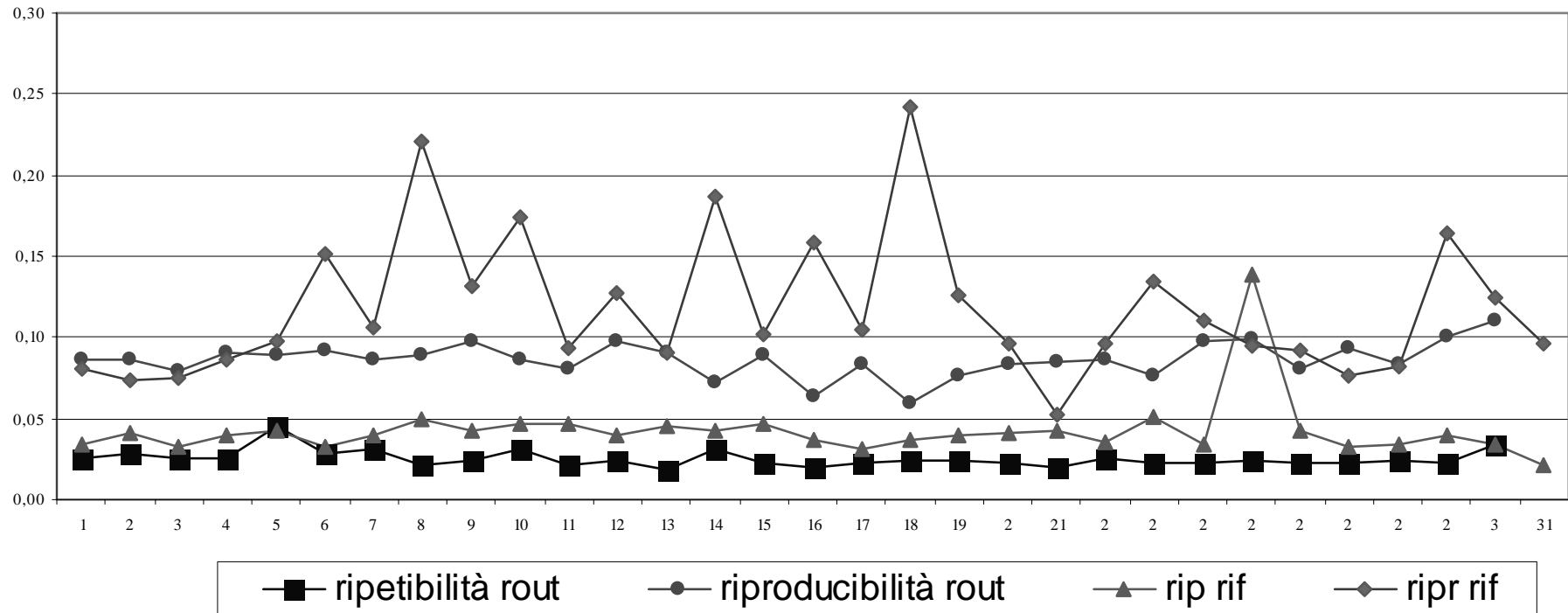


ANDAMENTO SCARTO TIPO GRASSO E PROTEINE PRE E POST TARATURA



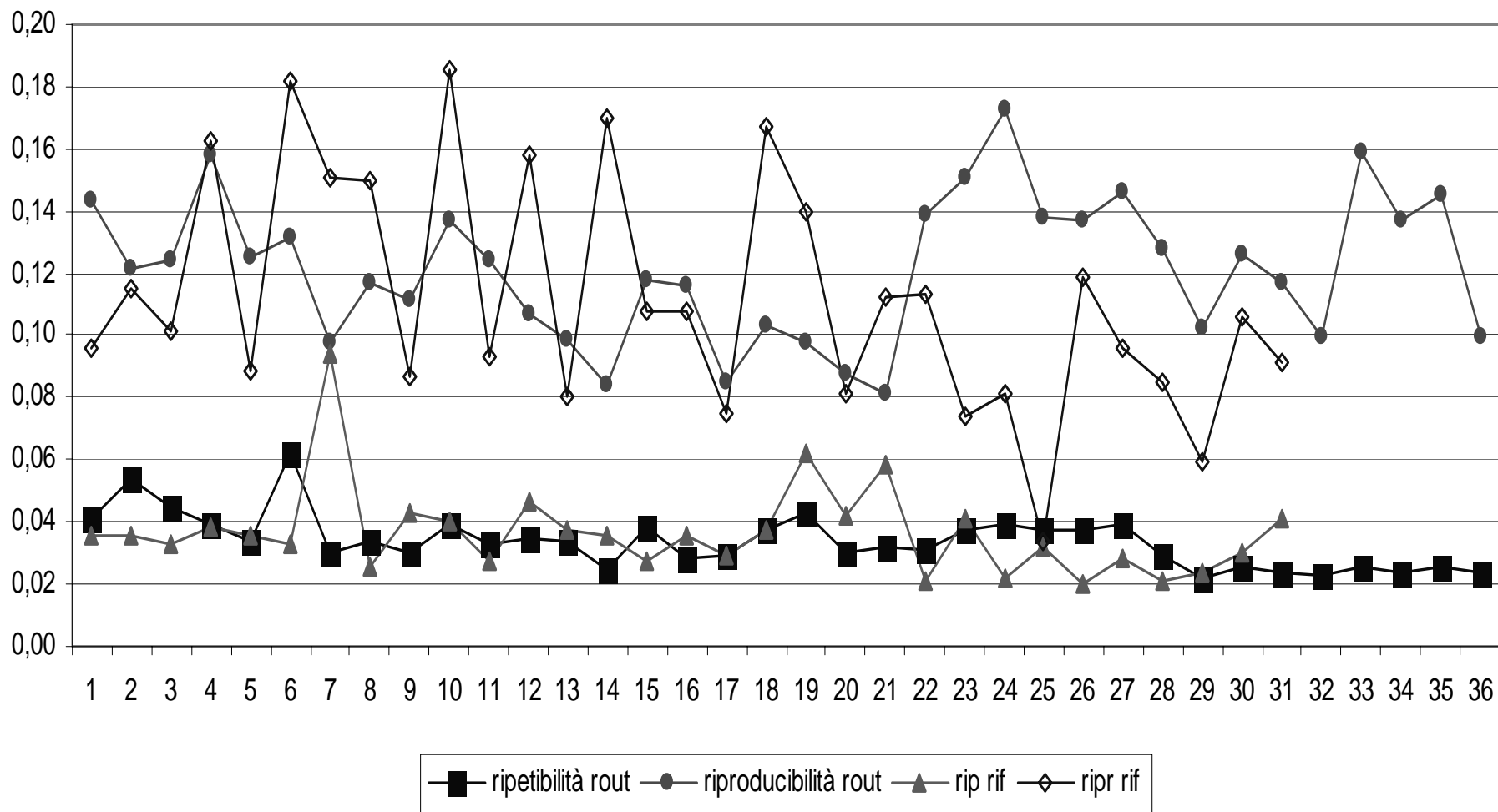


**ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST ROUTINE E RIFERIMENTO DAL 20/01/2000 AL 20/09/05
PROTEINE**





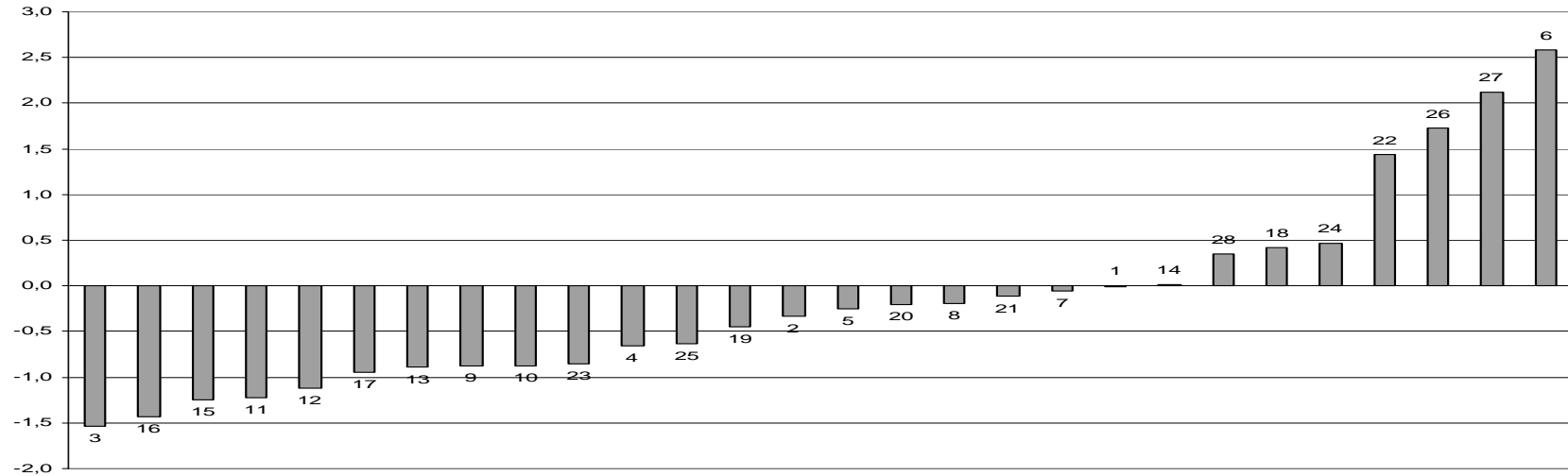
**ANDAMENTO DELLA RIPETIBILITA' E DELLA RIPRODUCIBILITA'
RING TEST ROUTINE E RIFERIMENTO DAL 20/01/98 AL 20/09/05
GRASSO**



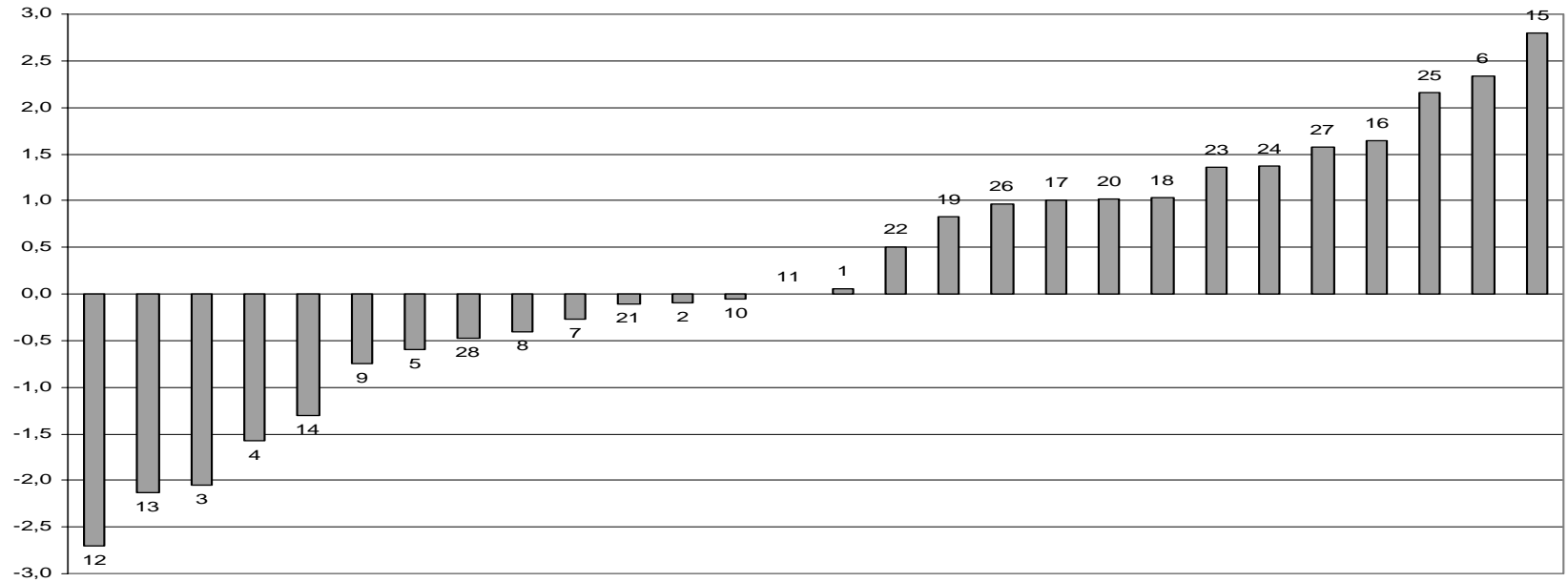
LABORATORI PARTECIPANTI 28



**RING TEST CBT SETTEMBRE 2005
Z SCORE CFU**



**RING TEST CBT SETTEMBRE 2005
Z SCORE IMPULSI**



AFLATOSSINA M1

ELISA

HPLC

LIVELLO	RING TEST	sr	SR	sr	SR
25ppt	APR 04	3,02	5,01	3,67	7,28
	OTT 04	2,81	4,56	2,33	4,62
	APR 05	2,03	4,78	1,77	3,55
50-60ppt	APR 04	5,28	10,73	5,11	10,59
	OTT 04	6,53	10,67	3,85	11,66
	APR 05	3,93	9,62	2,43	4,55



**L'UNICA COSA PERMANENTE E'
IL CAMBIAMENTO**

(ERACLITO)

GRAZIE