



THE GLOBAL STANDARD
FOR LIVESTOCK DATA

Network. Guidelines. Certification.

ICAR PROFICIENCY TEST - SEPTEMBER 2017

Raw cow milk

Chemical “Routine” Methods





THE GLOBAL STANDARD
FOR LIVESTOCK DATA

Network. Guidelines. Certification.

FRAME OF ACTIVITY :

ICAR MILK ANALYSES SUB-COMMITTEE (MA SC)

ORGANISER: ICAR, VIA SAVOIA 78, I-00198 ROME, ITALY

Email: pt@icar.org

Tel.: +39 06 85 237 1



THE GLOBAL STANDARD
FOR LIVESTOCK DATA

Network. Guidelines. Certification.

Raw cow milk

Chemical “Routine” Methods



Table of contents

1. Introduction
2. Your performances analysis
3. Control Charts
4. ICAR Statistical Elaboration
 - Fat (routine methods)
 - Protein (routine methods)
 - Lactose (routine methods)
 - Urea (routine methods)
 - BHB (chemical and routine method)
 - PAG (ELISA method)



Introduction

Dear Participant,

Thank you for participating in the ICAR Proficiency Test (PT) September 2017 !

In this report you will find sections 2 and 3 which are dedicated to "your" quality assurance management and section 4 dedicated to the "general" statistical elaboration for each parameter.

The proficiency test is a tool to help evaluate the performance of the laboratory process and to support your laboratory quality assurance system. Its aim is to provide independent data for you to monitor, evaluate and ultimately improve your processes as you see fit.

From the analyses of the data received we have identified some aspects that if evaluated and managed may serve to improve some control steps of your quality management ISO 17025.

When the PT samples arrive to your laboratory they can be viewed as being from a 'customer' that is asking you to provide timely, precise and accurate results.

In tables A,B,C,D,E,F,G,H if all the information is reported correctly from the participant, then the cells are filled in green, otherwise they are highlighted in red for your attention, so you can review and verify any causal reasons internally. The control charts H will help you to follow your performance over the time.

- A) In table A you find your participation codes and the information if all the results from the samples received, have been sent to the PT provider.
- B) In table B is indicated if the results have been sent on time.
- C) In table C is indicated if the results have been reported in the correct unit of measurements.
- D) It is the ranking of your laboratory. The values of table 1 for each parameter are reported. In table D the ranking of your lab will be green if the mean of difference and standard deviation of difference value are in the box of figure 2 of each parameter. Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation. According the results obtained the MA SC will decide eventually to revise. During the meeting of Milk Analyses Sub Committee held in Copenhagen in June 2016 the experts decided to update the limit of the box to evaluate the accuracy.
- E) Here are reported the samples that resulted outlier for your participation code for Grubbs or Cochran test
- F) The evaluation of repeatability of the results should be one of the first controls before communication of the data. In table F the absolute difference between replicates is compared with the repeatability limit of the relevant "routine" method indicated. If one or more results have a result out of the limit, the cell is in red. If the repeatability is bigger it will be evaluated internally with the precision of the specific method used. You can find all the detailed information of your data in Table II in the section Statistical elaboration for each parameter.



- G) In table G the results of your Z-Score_{PT} (standard deviation calculated on this proficiency test) and the Z-Score_{FIX} (standard deviation of the routine method) are summarized. If you have obtained all the -2<Z-Score results<+2 the cell will be filled in green. If you have obtained one or more results in the moderate or poor performance range the cells will be filled in yellow or red respectively.
- H) Your ZS Control Charts have been updated with data of the previous ICAR PT if you have participated. On the control charts the samples are ordered by concentration.

The sample preparation and statistical elaboration have been done by ICAR Sub-contractor Actalia, accreditated for ISO 17043.

In the second part of the report the statistical elaboration followed the template approved by ICAR's Milk Analyses Sub Committee chaired by Dr. Gavin Scott (NZ). You find the statistical elaboration for all the ICAR interested parameters, fat, protein, lactose, urea and somatic cell.

We think it is important to show you, as ICAR member, the reproducibility of the ICAR laboratories, even if you have not participated in this PT round.

For each parameter the SR=standard deviation of reproducibility has been calculated after the outlier elimination. If you have participated, and your results are in the repeatability limits, you can use this value for the calculation of your uncertainty of measurement.

ICAR would like to see, in the next years, part 4 of this report, completed with the results, reference and/or routine methods, from all the ICAR countries for the parameters indicated.

We are sure with your support and contribution it will grow to benefit all!

The list of all ICAR reference laboratories and those participated in ICAR PT in September 2017 with at least one parameter is reported below and also available in ICAR website at:

<http://www.icar.org/index.php/certifications/milk-analysis-laboratories-certifications/results-of-the-milk-laboratories-proficiency-test-september-2017/>



Name of the laboratory	Country
Comité du Lait ASBL	Belgium
Department Valorisation des productions Agricoles	Belgium
ILVO	Belgium
Can West	Canada
Central Milk Testing Lab	Canada
Horizon Lab Ltd	Canada
Pacific Milk Analysis	Canada
Valacta - Centre d'Expertise en Production Laitière du Québec	Canada
COOPRINSEM	Chile
Dairy Cattle Research Center of Shandong Academy of Agricultural Sciences	China
Shanghai Dairy Breeding Center Co. Ltd	China
Croatian Agricultural Agency, Central Laboratory for Milk Quality Control	Croatia
University of Zagreb Faculty of Agriculture Dept. of Dairy Science	Croatia
Laborator pro rozbor mléka Brno, Ceskomoravská spolecnost chovatelů a.s.	Czech Republic
Laborator pro rozbor mléka Bustehrad, Ceskomoravská spolecnost chovatelů a.s.	Czech Republic
Milkom a.s Dairy research institute	Czech Republic
The National laboratory for raw milk Agrovyzkum Rapotin s.r.o.	Czech Republic
ChemoMetec A/S	Denmark
Eurofins Steins Laboratory A/S	Denmark



Name of the laboratory	Country
Cattle Information Service (CIS)	England
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Finland
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Finland
Actalia	France
Milchprüfring Baden-Württemberg e.V.	Germany
Teagasc Food research Center	Ireland
Central Milk Lab ICBA	Israel
Laboratorio Standard Latte	Italy
Japan Dairy Technical Association	Japan
Pieno Tyrimai	Lithuania
Laboratorium Oceny Mleka KCHZ Laboratorium Referencyjne z/s w Parzniewie	Poland
Alip	Portugal
LRV-Laboratorio Regional de Veterinaria	Portugal
Holstein-Ro Breeders Association Laboratory	Romania
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka, Poljoprivredni fakultet Novi Sad	Serbia
Deltamune	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa	South Africa
University of Pretoria, Faculty Vet Sciences, Dept. Production Animal Studies Milk Lab. Onderstepoort	South Africa
Lab Agroalimentario de Santander	Spain
LIGAL Edificio de Laboratorio Agrarios	Spain
Eurofins Steins Laboratory A/B	Sweden
Agroscope Institute for food Sciences IFS	Switzerland
SuisseLab AG	Switzerland
Taiwan Livestock research Institute	Taiwan
Qlip B.V.,	The Netherlands
Direction de l' Amelioration Genetique	Tunisia
Eastern Lab services	USA
Vetlab Agricultural Showgroups	Zambia

Attached to this report you find the certificate of your participation in the ICAR PT.-

ICAR would like to stay at your side to support you in any way we can to help improve overall quality management systems for milk analyses. Your active participation in the ICAR PTs and in the Milk Analyses meetings is encouraging. We welcome any and all feedback/comments you may have on this activity, as it will help us continuously improve and to ultimately provide you a better service.

Kind Regards,

ICAR Secretariat





Routine Methods
Laboratory participation codes and Performance analyses

ICAR PT
RT0917

Laboratory Name						
-----------------	--	--	--	--	--	--

A	Your participation Codes						
	Subscription	Fat _{rout}	Protein _{rout}	Lactose _{rout}	Urea _{rout}	BHB	PAG
	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	No	No
Participation Codes	3	3	3	2			
Are all the sample results received?	Yes	Yes	Yes	Yes	No	No	

B	Data results received on time						
	Yes	14-09-2017					

C	Have you sent the data with the correct units of measurements?						
		Fat _{rout}	Protein* _{rout}	Lactose _{rout}	Urea _{rout}	BHB	PAG
		g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
		Yes	Yes	Yes	Yes		
* It was requested to report the value in total nitrogen							

D	Ranking of your lab						
		Fat _{rout}	Protein* _{rout}	Lactose _{rout}	Urea _{rout}	BHB	PAG
		g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
Code	3	3	3	2			
%	90	41	87	80			
d	-0.041	0.016	-0.095	-6.232			
Sd	0.103	0.012	0.017	0.553			
D	0.111	0.020	0.097	6.256			
Method	IR	IR	IR	IR			
Limits							
d	0,020	0,025	0,10	2,5	10	0,045	
Sd	0,030	0,020	0,10	1,5	10	0,045	

E	Outliers						
		Fat _{rout}	Protein* _{rout}	Lactose _{rout}	Urea _{rout}	BHB	PAG
		g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
Sample 1							
Sample 2							
Sample 3							
Sample 4	Grubbs						
Sample 5	Grubbs						
Sample 6	Grubbs						
Sample 7							
Sample 8	Grubbs						
Sample 9							
Sample 10							

Repeatability

Your "r" performance

	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB	PAG
	g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
Sample 1	0.020	0.030	0.000	0.000		
Sample 2	0.000	0.000	0.000	1		
Sample 3	0.010	0.020	0.000	1		
Sample 4	0.000	0.010	0.000	0.000		
Sample 5	0.000	0.000	0.000	1		
Sample 6	0.000	0.000	0.010	1		
Sample 7	0.010	0.010	0.000	0.000		
Sample 8	0.000	0.010	0.000	1		
Sample 9	0.020	0.010	0.010	0.000		
Sample 10	0.010	0.010	0.010	1		

If the repeatability is smaller than the limit the cell is in green if there is a sample with a "r" bigger than the limit the cell is in red. Please check table II in correspondence of the parameter and your lab code.

Limits

	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB	
	g/100g	g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
	ISO 1211 IDF 1D	ISO 8968 IDF 20	ISO 22662 IDF 198	ISO 14637 IDF 195	Indicative	
	0,043	0,038	0,06	1,52	0,03	

Your Z-Score PT

	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB
Sample 1	0.710	0.056	-1.468	-1.424	
Sample 2	-1.897	1.272	-1.546	-1.336	
Sample 3	-2.816	1.019	-1.630	-1.416	
Sample 4	-4.407	0.765	-1.500	-1.205	
Sample 5	4.235	0.001	-1.378	-1.353	
Sample 6	-3.576	0.449	-1.336	-1.142	
Sample 7	-2.188	1.309	-1.163	-1.111	
Sample 8	-3.946	1.009	-1.307	-1.071	
Sample 9	0.354	0.845	-1.082	-1.733	
Sample 10	-0.748	0.013	-0.962	-1.364	

Your Z-Score Fix

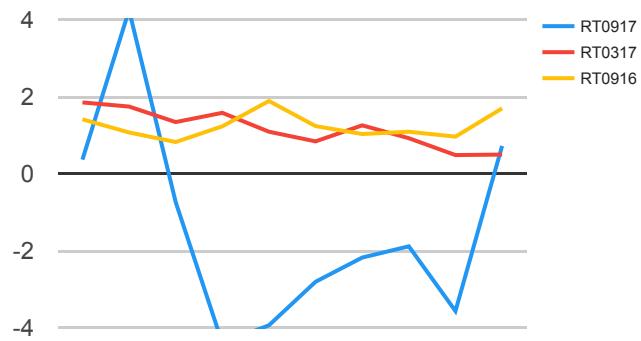
	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB
Sample 1	0.770	0.036	-2.937	-3.562	
Sample 2	-1.259	0.649	-2.916	-3.231	
Sample 3	-2.248	0.574	-2.876	-3.372	
Sample 4	-3.456	0.620	-2.674	-3.219	
Sample 5	4.873	0.001	-2.271	-3.528	
Sample 6	-3.762	0.230	-2.177	-3.316	
Sample 7	-1.952	0.703	-1.927	-3.054	
Sample 8	-2.963	0.722	-1.942	-3.261	
Sample 9	0.403	0.566	-1.906	-4.030	
Sample 10	-0.645	0.012	-2.195	-3.859	

If there is a sample with a "z-score" in the yellow or red area please check table VI and VII in correspondence of your lab code.

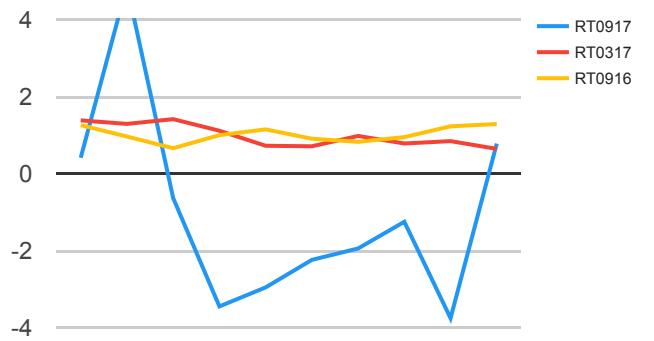
Interpretation Z-Score

Z-Score<-3	-3<Z-Score<-2	-2<Z-Score<2	2<Z-Score<3	Z-Score>3
Poor	Moderate	Good	Moderate	Poor

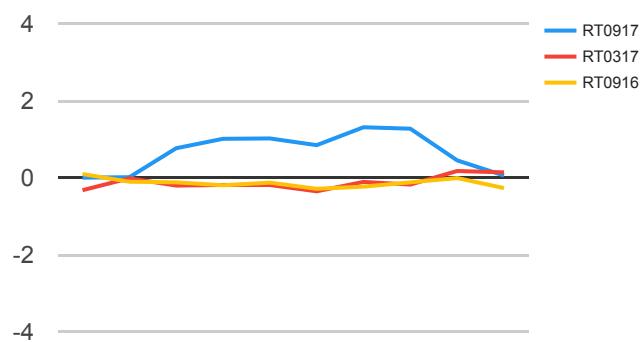
ZSCORE-PT - fat_rout



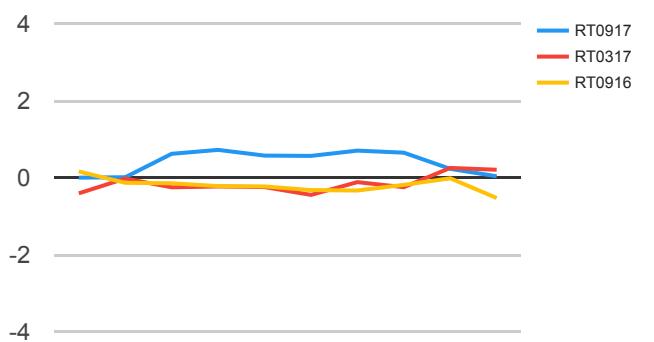
ZSCORE-FIX - fat_rout



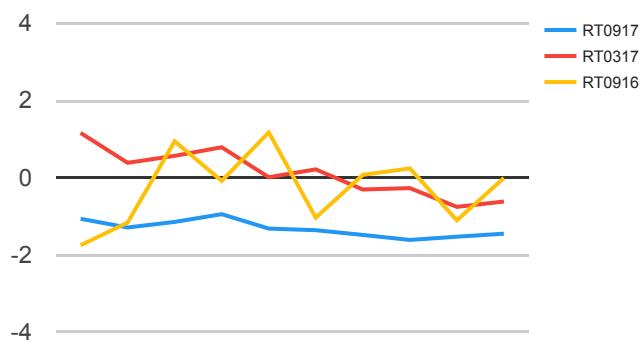
ZSCORE-PT - protein_rout



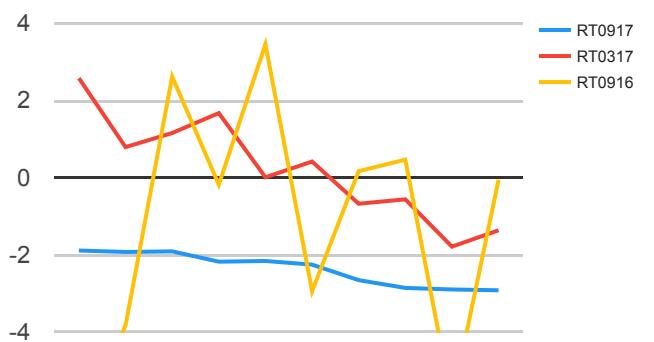
ZSCORE-FIX - protein_rout



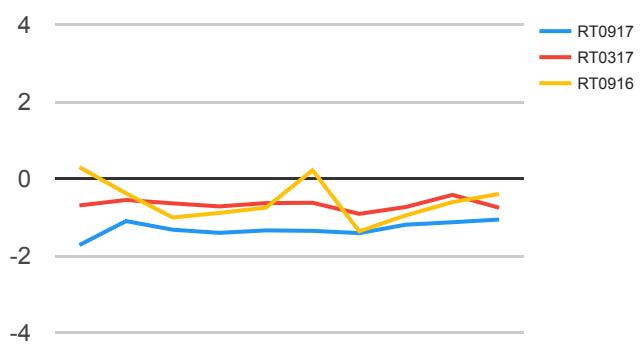
ZSCORE-PT - lactose_rout



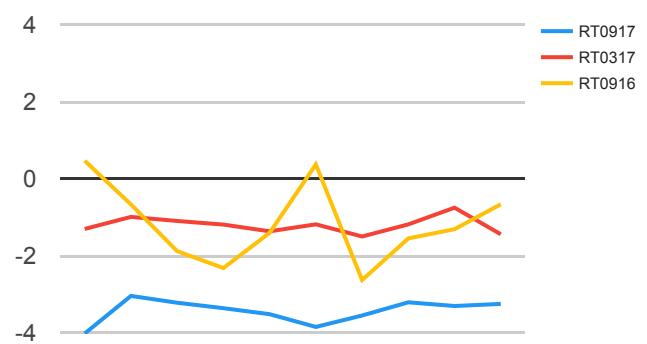
ZSCORE-FIX - lactose_rout



ZSCORE-PT - urea_rout



ZSCORE-FIX - urea_rout





ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

September 2017

Raw Milk

Determination of FAT CONTENT
Routine method

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
Contact :	Gavin Scott gavin@milktest.co.nz
ICAR Staff	pt@icar.org silvia@icar.org



ACCREDITATION
N° 1-0173
PORTÉE
DISPONIBLE SUR
WWW.COFRAC.FR

Table I : Ranking of the laboratoriesUnits : g / 100 g

Nb	%	Nº	d	Sd	D	Method
1	3	6	+ 0,005	0,005	0,007	IR
2	7	20	+ 0,011	0,004	0,011	IR
3	10	17	- 0,009	0,007	0,012	IR
4	14	27	- 0,011	0,008	0,013	IR
5	17	24	+ 0,013	0,007	0,015	IR
6	21	21	- 0,016	0,004	0,017	IR
7	24	4	+ 0,005	0,017	0,017	IR
8	28	5	+ 0,011	0,014	0,018	IR
9	31	11	- 0,012	0,017	0,021	IR
10	34	23	- 0,008	0,020	0,022	IR
11	38	7	+ 0,018	0,013	0,022	IR
12	41	29	+ 0,015	0,018	0,023	IR
13	45	10	- 0,009	0,023	0,024	IR
14	48	18	- 0,014	0,028	0,031	IR
15	52	9	+ 0,010	0,030	0,032	IR
16	55	8	+ 0,031	0,012	0,033	IR
17	59	16	- 0,032	0,012	0,034	IR
18	62	14	- 0,020	0,038	0,043	IR
19	66	12	- 0,025	0,037	0,045	IR
20	69	2	- 0,048	0,010	0,050	IR
21	72	22	- 0,016	0,064	0,066	IR
22	76	13	+ 0,058	0,041	0,071	IR
23	79	19	+ 0,037	0,064	0,074	IR
24	83	25	+ 0,066	0,034	0,074	IR
25	86	15	- 0,010	0,091	0,092	IR
26	90	3	- 0,041	0,103	0,111	IR
27	93	1	+ 0,078	0,161	0,179	IR
28	97	28	- 0,106	0,148	0,182	IR
29	100	26	+ 0,148	0,341	0,371	IR

The table should be studied in parallel with figure 1 where the laboratories are located according to an acceptability area (or target) the limits of which are :

+/- 0,020 g / 100 g for d and 0,030 g / 100 g for Sd

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 29 sets of results send by 29 laboratories using routine method ISO 9622|IDF 141, after outlier discarding using Grubbs test at 5 % risk level

(NC : OUT of RANKING because of insufficient data number)

(Nb : laboratory rank; % : relative rank)

(Nº : laboratory identification number)

(d et Sd : mean and standard deviation of the differences (laboratory -reference))

(D : Euclidian distance to YX-axis origin = SQUARE ROOT.(d² + Sd²))

Note : Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation.

Repeatability standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran elimination at 5 %)

Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)

S_{r_{PT}} 0,006

S_{R_{PT}} 0,037

Table II : REPEATABILITY - Absolute difference between replicates in g / 100 g

Sample/lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Sr	NL	
1	0,020	0,010	0,000	0,010	1,000	0,010	0,020	0,010	0,020	0,010	0,224	20	
2	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,003	20	
3	0,020	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,020	0,010	0,007	20	
4	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,004	20	
5	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20	
6	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,005	20	
7	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,004	20	
8	0,000	0,010	0,000	0,000	0,030	0,010	0,010	0,030	0,010	0,000	0,010	20	
9	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,004	20	
10	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,002	20	
11	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20	
12	0,019	0,019	0,020	0,058	*	0,010	0,019	0,019	0,019	0,000	0,010	0,017	20
13	0,026	0,003	0,003	0,011	0,006	0,005	0,013	0,004	0,006	0,001	0,007	20	
14	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,006	20	
15	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,002	20	
16	0,004	0,002	0,000	0,003	0,009	0,007	0,008	0,003	0,003	0,007	0,004	20	
17	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20	
18	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,004	20	
19	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20	
20	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,004	20	
21	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,004	20	
22	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,005	20	
23	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,006	20	
24	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,004	20	
25	0,000	0,020	0,040	*	0,040	*	0,000	0,010	0,020	0,010	0,010	0,015	20
26	0,010	0,250	*	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,056	20	
27	0,020	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,007	20	
28	0,030	0,000	0,000	0,010	0,030	*	0,020	0,060	*	0,000	0,010	0,017	20
29	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,003	20	
Sr	0,008	0,033	0,007	0,010	0,131	0,005	0,010	0,007	0,006	0,004		580	
NE	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58			
L	0,035	0,023	0,021	0,016	0,017	0,023	0,029	0,024	0,025	0,018			

Sr : repeatability standard deviation of each laboratory limit 0,014 g/100g

NL : number of measurements per laboratory

L : Limit for difference between duplicates according Cochran test at 5% level.

SE : repeatability standard deviation per sample

NE : number of measurements per sample

*: discarded data using the test of Cochran at 5 %

**: missing data

r : limit of repeatability, absolute difference between two replicates=0,040 according ISO 9622 | IDF 141

Table III : Means of the replicates in g / 100 g

Sample/ Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	4,740	4,085	3,460	2,745	2,640	4,435	3,740	3,085	1,520	2,455
2	4,680	4,030	3,375	2,660	2,050	4,400	3,670	2,995	1,410	2,370
3	4,750	4,020	3,345	2,570 *	2,300	4,280 *	3,635	2,940 *	1,480	2,395
4	4,695	4,065	3,435	2,730	2,130	4,420	3,710	3,060	1,480	2,445
5	4,750	4,090	3,435	2,720	2,115	4,415	3,725	3,070	1,465	2,450
6	4,725	4,085	3,440	2,720	2,110	4,430	3,715	3,055	1,470	2,425
7	4,730	4,090	3,460	2,745	2,140	4,430	3,710	3,075	1,475	2,445
8	4,770	4,115	3,470	2,740	2,115	4,465	3,745	3,075	1,485	2,450
9	4,680	4,050	3,430	2,725	2,135	4,500	3,745	3,060	1,465	2,430
10	4,650	4,080	3,430	2,710	2,100	4,440	3,710	3,045	1,450	2,420
11	4,705	4,070	3,440	2,710	2,080	4,415	3,720	3,050	1,420	2,390
12	4,743	4,092	3,411	2,663	2,036	4,354	3,713	3,052	1,399	2,415
13	4,699	4,107	3,496	2,781	2,232	4,450	3,760	3,128	1,540	2,516
14	4,735	4,085	3,450	2,680	2,065	4,435	3,715	3,035	1,365	2,360
15	4,810	4,070	3,465	2,650	1,990	4,530	3,790	3,080	1,300 *	2,340
16	4,689	4,045	3,411	2,680	2,077	4,401	3,679	3,028	1,400	2,401
17	4,705	4,060	3,425	2,700	2,110	4,410	3,700	3,050	1,450	2,420
18	4,750	4,075	3,390	2,680	2,070	4,450	3,695	3,070	1,425	2,380
19	4,910 *	4,065	3,470	2,710	2,135	4,405	3,715	3,080	1,565	2,440
20	4,725	4,090	3,445	2,720	2,120	4,440	3,725	3,065	1,470	2,430
21	4,700	4,060	3,415	2,690	2,090	4,420	3,695	3,040	1,455	2,400
22	4,615	4,005	3,400	2,725	2,160	4,340	3,665	3,045	1,555	2,450
23	4,720	4,045	3,420	2,685	2,105	4,385	3,705	3,065	1,490	2,425
24	4,740	4,090	3,450	2,720	2,110	4,450	3,715	3,065	1,480	2,435
25	4,790	4,200 *	3,480	2,770	2,150	4,515	3,810	3,140	1,485	2,445
26	5,765 *	4,475 *	3,415	2,710	2,155	4,440	3,680	3,040	1,480	2,440
27	4,690	4,060	3,435	2,705	2,095	4,415	3,700	3,050	1,455	2,410
28	4,655	4,040	3,420	2,675	2,065	4,000 *	3,380 *	3,000	1,435	2,395
29	4,765	4,100	3,450	2,710	2,100	4,470	3,730	3,065	1,460	2,420
M	4,719	4,069	3,433	2,709	2,105	4,432	3,715	3,060	1,465	2,421
REF.	4,719	4,070	3,435	2,708	2,105	4,430	3,713	3,059	1,464	2,421
SD	0,043	0,027	0,032	0,031	0,046	0,042	0,036	0,030	0,046	0,035

M = mean per sample

REF. = reference values

SD = standard deviation per sample

*: discarded data using the test of Grubbs at 5 %

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528,
of 29 laboratories using the Routine method ISO 9622 | IDF 141 , after outliers discarding using Grubbs test at 5 % risk level.

Table IV : Outlier identification

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Outliers										
Cochran		26	25	12; 25	1; 28		28			
Outlier Grubbs	19; 26	25; 26		3	1; 3	3; 28	28	3	15	
sr	0,009	0,005	0,005	0,004	0,004	0,005	0,007	0,006	0,006	0,004
SR	0,044	0,027	0,031	0,029	0,047	0,042	0,036	0,031	0,046	0,035

Table V : ACCURACY - differences (laboratory - reference) in g / 100 g

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	+ 0,021	+ 0,015	+ 0,025	- 0,037	+ 0,535	+ 0,005	+ 0,027	+ 0,026	+ 0,056	+ 0,034	+ 0,078	0,161	1,53
2	- 0,039	- 0,040	- 0,060	- 0,048	- 0,055	- 0,030	- 0,043	- 0,064	- 0,054	- 0,051	- 0,048	0,010	14,99
3	+ 0,031	- 0,050	- 0,090	- 0,138	+ 0,195	- 0,150	- 0,078	- 0,119	+ 0,016	- 0,026	- 0,041	0,103	1,26
4	- 0,024	- 0,005	+ 0,000	- 0,022	+ 0,025	- 0,010	- 0,003	+ 0,001	+ 0,016	+ 0,024	+ 0,005	0,017	0,87
5	+ 0,031	+ 0,020	+ 0,000	0,012	+ 0,010	- 0,015	+ 0,012	+ 0,011	+ 0,001	+ 0,029	0,011	0,014	2,53
6	+ 0,006	+ 0,015	+ 0,005	- 0,012	+ 0,005	- 0,000	+ 0,002	- 0,004	+ 0,006	+ 0,004	+ 0,005	0,005	3,01
7	+ 0,011	+ 0,020	- 0,025	+ 0,037	+ 0,035	- 0,000	- 0,003	+ 0,016	+ 0,011	+ 0,024	+ 0,018	0,013	4,14
8	+ 0,051	+ 0,045	+ 0,035	- 0,032	+ 0,010	+ 0,035	+ 0,032	+ 0,016	+ 0,021	+ 0,029	+ 0,031	0,012	7,85
9	- 0,039	- 0,020	- 0,005	- 0,017	+ 0,030	+ 0,070	+ 0,032	+ 0,001	+ 0,001	+ 0,009	- 0,010	0,030	1,00
10	- 0,069	+ 0,010	- 0,005	- 0,002	- 0,005	+ 0,010	- 0,003	- 0,014	- 0,014	- 0,001	- 0,009	0,023	1,25
11	- 0,014	- 0,000	+ 0,005	- 0,002	- 0,025	- 0,015	+ 0,007	- 0,009	- 0,044	- 0,031	- 0,012	0,017	2,34
12	+ 0,023	+ 0,021	- 0,024	- 0,045	- 0,069	- 0,077	- 0,001	- 0,007	- 0,065	- 0,006	- 0,025	0,037	2,12
13	- 0,020	+ 0,036	+ 0,061	- 0,072	+ 0,127	+ 0,019	+ 0,046	+ 0,069	+ 0,076	+ 0,095	+ 0,058	0,041	4,50
14	+ 0,016	+ 0,015	+ 0,015	- 0,028	- 0,040	+ 0,005	+ 0,002	- 0,024	- 0,099	- 0,061	- 0,020	0,038	1,65
15	+ 0,091	- 0,000	+ 0,030	- 0,058	- 0,115	+ 0,100	+ 0,077	- 0,021	- 0,164	- 0,081	- 0,010	0,091	0,35
16	- 0,030	- 0,025	- 0,024	- 0,029	- 0,029	- 0,030	- 0,034	- 0,031	- 0,064	- 0,020	- 0,032	0,012	8,24
17	- 0,014	- 0,010	- 0,010	- 0,008	+ 0,005	- 0,020	- 0,013	- 0,009	- 0,014	- 0,001	- 0,009	0,007	4,18
18	+ 0,031	+ 0,005	- 0,045	- 0,028	- 0,035	+ 0,020	- 0,018	+ 0,011	- 0,039	- 0,041	- 0,014	0,028	1,57
19	+ 0,191	- 0,005	+ 0,035	- 0,002	+ 0,030	- 0,025	+ 0,002	+ 0,021	+ 0,101	+ 0,019	0,037	0,064	1,84
20	+ 0,006	+ 0,020	+ 0,010	- 0,012	+ 0,015	+ 0,010	+ 0,012	- 0,006	+ 0,006	+ 0,009	- 0,011	0,004	7,76
21	- 0,019	- 0,010	- 0,020	- 0,018	- 0,015	- 0,010	- 0,018	- 0,019	- 0,009	- 0,021	- 0,016	0,004	11,33
22	- 0,104	- 0,065	- 0,035	- 0,017	- 0,055	- 0,090	- 0,048	- 0,014	+ 0,091	+ 0,029	- 0,016	0,064	0,81
23	+ 0,001	- 0,025	- 0,015	- 0,023	- 0,000	- 0,045	- 0,008	+ 0,006	+ 0,026	+ 0,004	- 0,008	0,020	1,25
24	+ 0,021	+ 0,020	+ 0,015	- 0,012	+ 0,005	+ 0,020	+ 0,002	+ 0,006	+ 0,016	+ 0,014	- 0,013	0,007	6,22
25	+ 0,071	+ 0,130	+ 0,045	- 0,062	+ 0,045	+ 0,085	+ 0,097	+ 0,081	+ 0,021	+ 0,024	+ 0,066	0,034	6,18
26	+ 1,046	+ 0,405	- 0,020	- 0,002	+ 0,050	+ 0,010	- 0,033	- 0,019	+ 0,016	+ 0,019	- 0,148	0,341	1,37
27	- 0,029	- 0,010	+ 0,000	- 0,003	- 0,010	- 0,015	- 0,013	- 0,009	- 0,009	- 0,011	- 0,011	0,008	4,43
28	- 0,064	- 0,030	- 0,015	- 0,033	- 0,040	- 0,430	- 0,333	- 0,059	- 0,029	- 0,026	- 0,106	0,148	2,27
29	+ 0,046	+ 0,030	+ 0,015	- 0,002	- 0,005	+ 0,040	+ 0,017	+ 0,006	- 0,004	- 0,001	+ 0,015	0,018	2,51
d	- 0,000	- 0,001	- 0,002	+ 0,001	+ 0,000	+ 0,001	+ 0,002	+ 0,001	+ 0,001	- 0,000	+ 0,004	0,091	
Sd	0,043	0,027	0,032	0,031	0,046	0,042	0,036	0,030	0,046	0,035	0,037		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = +/- 0,02 \text{ g / 100 g}$ Sd = 0,03 g / 100g**ISO 9622 / IDF 141 : Precision of the method :**

$$Sr = 0,014 \text{ g / 100 g}$$

$$SR = 0,04 \text{ g / 100 g}$$

Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,48	+0,55	+0,79	+1,17	+11,62	+0,11	+0,75	+0,88	+1,23	+0,99
2	-0,90	-1,52	-1,88	-1,54	-1,20	-0,72	-1,21	-2,11	-1,18	-1,47
3	+0,71	-1,90	-2,82	-4,41	+4,23	-3,58	-2,19	-3,95	+0,35	-0,75
4	-0,56	-0,20	+0,00	+0,69	+0,54	-0,25	-0,09	+0,05	+0,35	+0,70
5	+0,71	+0,74	+0,00	+0,38	+0,22	-0,37	+0,33	+0,38	+0,02	+0,85
6	+0,13	+0,55	+0,16	+0,38	+0,11	-0,01	+0,05	-0,12	+0,13	+0,12
7	+0,25	+0,74	+0,79	+1,17	+0,76	-0,01	-0,09	+0,55	+0,24	+0,70
8	+1,17	+1,68	+1,10	+1,01	+0,22	+0,82	+0,89	+0,55	+0,46	+0,85
9	-0,90	-0,77	-0,15	+0,53	+0,65	+1,65	+0,89	+0,05	+0,02	+0,27
10	-1,59	+0,36	-0,15	+0,06	-0,11	+0,23	-0,09	-0,45	-0,30	-0,02
11	-0,33	-0,01	+0,16	+0,06	-0,55	-0,37	+0,19	-0,28	-0,96	-0,89
12	+0,54	+0,80	-0,75	-1,44	-1,50	-1,83	-0,02	-0,23	-1,42	-0,17
13	-0,47	+1,36	+1,90	+2,30	+2,76	+0,45	+1,30	+2,31	+1,67	+2,74
14	+0,36	+0,55	+0,47	-0,90	-0,87	+0,11	+0,05	-0,78	-2,17	-1,76
15	+2,09	-0,01	+0,94	-1,86	-2,50	+2,37	+2,16	+0,72	3,60	-2,34
16	-0,70	-0,96	-0,75	-0,92	-0,62	-0,71	-0,96	-1,03	-1,41	-0,59
17	-0,33	-0,39	-0,31	-0,26	+0,11	-0,49	-0,37	-0,28	-0,30	-0,02
18	+0,71	+0,17	-1,41	-0,90	-0,76	+0,46	-0,51	+0,38	-0,85	-1,18
19	+4,40	-0,20	+1,10	+0,06	+0,65	-0,61	+0,05	+0,72	+2,22	+0,56
20	+0,13	+0,74	+0,32	+0,38	+0,32	+0,23	+0,33	+0,22	+0,13	+0,27
21	-0,44	-0,39	-0,62	-0,58	-0,33	-0,25	-0,51	-0,62	-0,19	-0,60
22	-2,40	-2,46	-1,09	+0,53	+1,19	-2,15	-1,35	-0,45	+2,00	+0,85
23	+0,02	-0,96	-0,47	-0,74	-0,00	-1,08	-0,23	+0,22	+0,57	+0,12
24	+0,48	+0,74	+0,47	+0,38	+0,11	+0,46	+0,05	+0,22	+0,35	+0,41
25	+1,63	+4,88	+1,41	+1,97	+0,98	+2,01	+2,72	+2,71	+0,46	+0,70
26	+24,09	+15,24	-0,62	+0,06	+1,08	+0,23	-0,93	-0,62	+0,35	+0,56
27	-0,67	-0,39	+0,00	-0,10	-0,22	-0,37	-0,37	-0,28	-0,19	-0,31
28	-1,48	-1,14	-0,47	-1,06	-0,87	-10,23	-9,33	-1,95	-0,63	-0,75
29	+1,06	+1,12	+0,47	+0,06	-0,11	+0,94	+0,47	+0,22	-0,08	-0,02

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 2 : Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the PT standard deviation

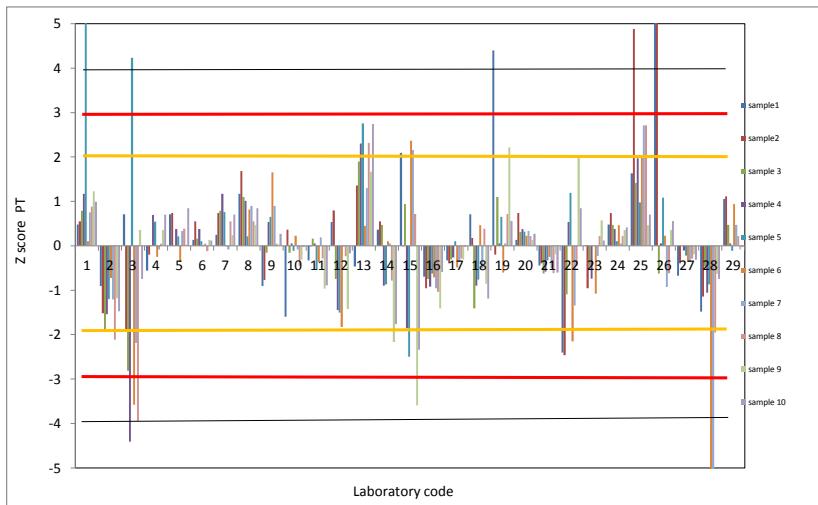


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

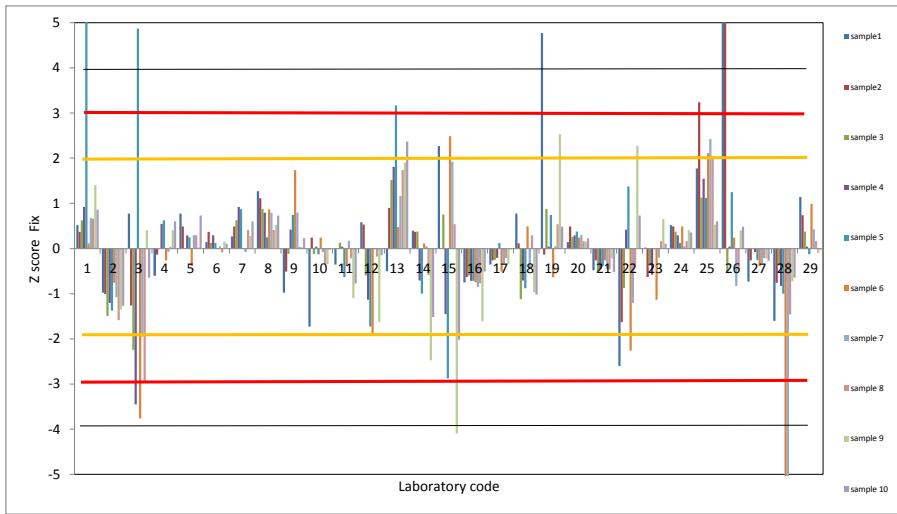
Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,52	+0,37	+0,63	+0,92	+13,37	+0,11	+0,67	+0,66	+1,40	+0,85
2	-0,98	-1,01	-1,50	-1,21	-1,38	-0,76	-1,08	-1,59	-1,35	-1,27
3	+0,77	-1,26	-2,25	-3,46	+4,87	-3,76	-1,95	-2,96	+0,40	-0,65
4	-0,60	-0,13	+0,00	+0,54	+0,62	-0,26	-0,08	+0,04	+0,40	+0,60
5	+0,77	+0,49	+0,00	+0,29	+0,25	-0,39	+0,30	+0,29	+0,03	+0,73
6	+0,15	+0,37	+0,13	+0,29	+0,12	-0,01	+0,05	-0,09	+0,15	+0,10
7	+0,27	+0,49	+0,63	+0,92	+0,87	-0,01	-0,08	+0,41	+0,28	+0,60
8	+1,27	+1,12	+0,88	+0,79	+0,25	+0,86	+0,80	+0,41	+0,53	+0,73
9	-0,98	-0,51	-0,12	+0,42	+0,75	+1,74	+0,80	+0,04	+0,03	+0,23
10	-1,73	+0,24	-0,12	+0,04	-0,13	+0,24	-0,08	-0,34	-0,35	-0,02
11	-0,35	-0,01	+0,13	+0,04	-0,63	-0,39	+0,17	-0,21	-1,10	-0,77
12	+0,58	+0,53	-0,60	-1,13	-1,73	-1,92	-0,01	-0,18	-1,62	-0,15
13	-0,50	+0,90	+1,51	+1,81	+3,17	+0,48	+1,16	+1,74	+1,90	+2,37
14	+0,40	+0,37	+0,38	-0,71	-1,00	+0,11	+0,05	-0,59	-2,47	-1,52
15	+2,27	-0,01	+0,75	-1,46	-2,88	+2,49	+1,92	+0,54	-4,10	-2,02
16	-0,75	-0,63	-0,60	-0,72	-0,71	-0,75	-0,85	-0,78	-1,61	-0,51
17	-0,35	-0,26	-0,25	-0,21	+0,12	-0,51	-0,33	-0,21	-0,35	-0,02
18	+0,77	+0,12	-1,12	-0,71	-0,88	+0,49	-0,45	+0,29	-0,97	-1,02
19	+4,77	-0,13	+0,88	+0,04	+0,75	-0,64	+0,05	+0,54	+2,53	+0,48
20	+0,15	+0,49	+0,25	+0,29	+0,37	+0,24	+0,30	+0,16	+0,15	+0,23
21	-0,48	-0,26	-0,50	-0,46	-0,38	-0,26	-0,45	-0,46	-0,22	-0,52
22	-2,60	-1,63	-0,87	+0,42	+1,37	-2,26	-1,20	-0,34	+2,28	+0,73
23	+0,02	-0,63	-0,37	-0,58	-0,00	-1,14	-0,20	+0,16	+0,65	+0,10
24	+0,52	+0,49	+0,38	+0,29	+0,12	+0,49	+0,05	+0,16	+0,40	+0,35
25	+1,77	+3,24	+1,13	+1,54	+1,12	+2,11	+2,42	+2,04	+0,53	+0,60
26	+26,15	+10,12	-0,50	+0,04	+1,25	+0,24	-0,83	-0,46	+0,40	+0,48
27	-0,73	-0,26	+0,00	-0,08	-0,25	-0,39	-0,33	-0,21	-0,22	-0,27
28	-1,60	-0,76	-0,37	-0,83	-1,00	-10,76	-8,33	-1,46	-0,72	-0,65
29	+1,15	+0,74	+0,38	+0,04	-0,13	+0,99	+0,42	+0,16	-0,10	-0,02

This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2 In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 3 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method



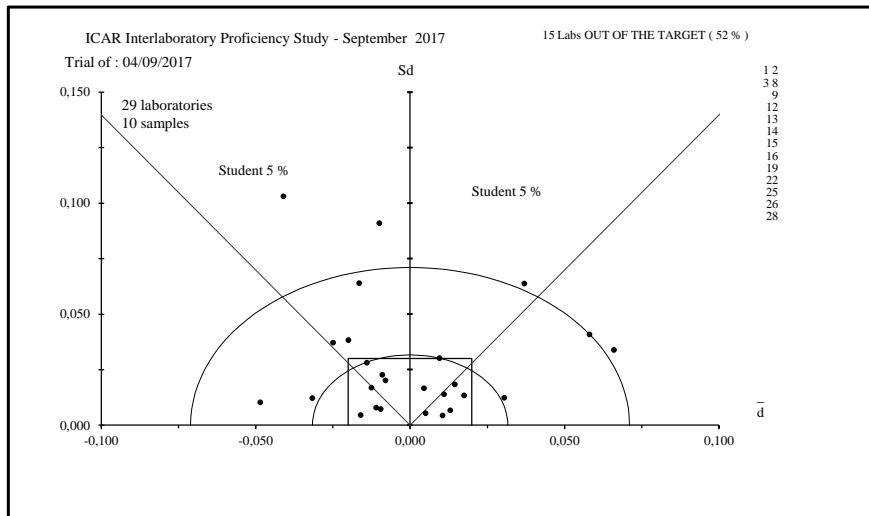


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST

RAW MILK
Fat Routine method
Sep 17

Name	City	Country
Alip	Sousada	Portugal
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shropshire	England
Comité du Lait ASBL	Battice	Belgium
Croatian Central Laboratory for Milk Quality Control	Krizevci	Croatia
Dairy Cattle Research Center of Shandong A. Agr. Sciences	Shandong	China
Deltamune	Centurion 0140 Pretoria	South Africa
Direction de l' Amelioration Genetique	Sidi Thabet	Tunisie
Eastern Lab services	Medina	USA
Eurofins Steins Laboratory A/B	SE-553 02 Jönköping	Sweden
Eurofins Steins Laboratory A/S	DK-6600 Vejen	Denmark
Laborator pro rozbor mléka Brno,	Brno	Czech Republic
Laborator pro rozbor mléka Bustehrad,	Bustehrad	Czech Republic
Laboratorija Poljoprivredni fakultet Novi Sad	Novi Sad	Serbia
Laboratorio Standard Latte	Maccarese	Italy
Laboratorium Oceny Mleka KCHZ Parzniewie	Pruszkow	Poland
Merieux NutriScience J Bay	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa (Midrand)	Midrand	South Africa
Milchprüfung Baden-Württemberg e.V.	Kirchheim unter Teck	Germany
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	Finland
Shanghai dairy breeding center Co.Ltd	Shanghai	China
Suiselab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock Research Institute	Taiwan	Taiwan
Teagasc Food research Center	Moorepark, Fermoy, Co. Cork	IR
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Seinajoki	Finland
Vetlab Agricultural Showgroups	Lusaka	Zambia



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

September 2017

Raw Milk

Determination of CRUDE PROTEIN CONTENT
Routine method

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)	
Contact :	Gavin Scott	gavin@milktest.co.nz
ICAR Staff	Silvia Orlandini	pt@icar.org silvia@icar.org



Table I : Ranking of the laboratoriesUnits : g / 100 g

Nb	%	N°	d	Sd	D	Method
1	3	6	- 0,001	0,006	0,006	IR
2	7	18	- 0,002	0,006	0,006	IR
3	10	25	+ 0,000	0,010	0,010	IR
4	14	21	+ 0,009	0,005	0,011	IR
5	17	24	- 0,006	0,012	0,013	IR
6	21	4	- 0,008	0,013	0,015	IR
7	24	17	- 0,016	0,005	0,016	IR
8	28	8	+ 0,009	0,014	0,017	IR
9	31	14	- 0,016	0,008	0,018	IR
10	34	13	- 0,016	0,010	0,018	IR
11	38	27	+ 0,003	0,019	0,019	IR
12	41	3	+ 0,016	0,012	0,020	IR
13	45	10	- 0,019	0,008	0,021	IR
14	48	15	+ 0,015	0,016	0,022	IR
15	52	23	- 0,015	0,020	0,024	IR
16	55	16	+ 0,024	0,006	0,025	IR
17	59	12	+ 0,024	0,006	0,025	IR
18	62	22	- 0,020	0,019	0,027	IR
19	66	29	+ 0,031	0,005	0,032	IR
20	69	20	+ 0,033	0,005	0,034	IR
21	72	26	- 0,034	0,013	0,036	IR
22	76	5	- 0,016	0,035	0,038	IR
23	79	1	+ 0,034	0,022	0,040	IR
24	83	7	+ 0,039	0,012	0,041	IR
25	86	9	- 0,041	0,009	0,042	IR
26	90	19	- 0,039	0,018	0,043	IR
27	93	2	+ 0,030	0,038	0,048	IR
28	97	28	- 0,048	0,024	0,054	IR
29	100	11	+ 0,183	0,499	0,531	IR

The table should be studied in parallel with figure 1 where the laboratories are located according to an acceptability area (or target) the limits of which are :

+/- 0,025 g / 100 g for \bar{d} and 0,020 g / 100 g for Sd

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 29 sets of results send by 10 laboratories using routine method ISO 9622|IDF 141, after outlier discarding using Grubbs test at 5 % risk level

(NC : OUT of RANKING because of insufficient data number)

(Nb : laboratory rank; % : relative rank)

(N° : laboratory identification number)

(d et Sd : mean and standard deviation of the differences (laboratory -reference))

(D : Euclidian distance to YX-axis origin = SQUARE ROOT.(d² + Sd²))

Note : Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation.

Repeatability standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran elimination at 5 %)

Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)

S_{r_{PT}} 0,007

S_{R_{PT}} 0,029

Table II : REPEATABILITY - Absolute difference between replicates in g / 100 g

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Sr	NL
1	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,020	0,010	0,000	0,010	0,000	0,006	20
2	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,005	20
3	0,030	0,000	0,020	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,009	20
4	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,005	20
5	0,020	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,007	20
6	0,030	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,008	20
7	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,006	20
8	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,006	20
9	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,002	20
10	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,004	20
11	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,005	20
12	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,009	0,020	0,010	0,000	0,010	0,007	20
13	0,005	0,016	0,006	0,018	0,010	0,001	0,024	0,006	0,001	0,015	0,009	20
14	0,040	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	20
15	0,030	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,008	20
16	0,000	0,007	0,001	0,004	0,001	0,006	0,001	0,001	0,001	0,000	0,002	20
17	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,004	20
18	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,005	20
19	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,020	0,010	0,007	20
20	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,004	20
21	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,005	20
22	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,020	0,010	0,010	0,007	20
23	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20
24	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,004	20
25	0,030	0,010	0,020	0,010	0,010	0,020	0,010	0,020	0,020	0,010	0,012	20
26	0,020	0,010	0,020	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,020	0,009	20
27	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,007	20
28	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,006	20
29	0,010	0,000	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,006	20
Sr	0,011	0,005	0,006	0,006	0,005	0,006	0,007	0,006	0,006	0,006		580
NE	58	58	58	58	58	58	58	58	58	58		
L	0,048	0,021	0,027	0,026	0,019	0,025	0,029	0,025	0,026	0,025		

Sr : repeatability standard deviation of each laboratory limit 0,014 g /100g

NL : number of measurements per laboratory

L : Limit for difference between duplicates according Cochran test at 5% level.

SE : repeatability standard deviation per sample

NE : number of measurements per sample

*: discarded data using the test of Cochran at 5 %

** : missing data

r : limit of repeatability, absolute difference between two replicates=0,040 according ISO 9622 | IDF 141

Table III : Means of the replicates in g / 100 g

(*) : Data were to modify in right units.

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(*) 1	3,788	3,599	3,332	2,968	2,792	3,711	3,509	3,164	3,303	2,901
2	3,750	3,580	3,300	2,965	2,800	3,680	3,515	3,135	3,405 *	2,895
3	3,765	3,610	3,320	2,945	2,730	3,690	3,525	3,145	3,325	2,835
4	3,775	3,575	3,285	2,895	2,700	3,685	3,500	3,110	3,305	2,820
5	3,800	3,595	3,285	2,875	2,665	3,700	3,505	3,080	3,290	2,775
6	3,755	3,580	3,295	2,925	2,730	3,670	3,500	3,115	3,310	2,840
7	3,790	3,615	3,335	2,975	2,785	3,705	3,535	3,155	3,330	2,890
8	3,760	3,580	3,305	2,945	2,765	3,675	3,495	3,125	3,315	2,855
9	3,740	3,550	3,260	2,875	2,680	3,640	3,460	3,070	3,260	2,780
10	3,735	3,560	3,280	2,910	2,725	3,655	3,470	3,100	3,280	2,820
(*) 11	3,758	3,584	3,307	2,948	2,772	3,711	5,099 *	3,154	3,328	2,896
12	3,800	3,610	3,324	2,940	2,750	3,708	3,518	3,134	3,333	2,852
13	3,756	3,581	3,279	2,892	2,702	3,665	3,488	3,099	3,301	2,809
14	3,730	3,570	3,290	2,915	2,720	3,660	3,480	3,095	3,285	2,825
15	3,755	3,595	3,315	2,930	2,740	3,695	3,520	3,140	3,355	2,835
16	3,781	3,604	3,319	2,948	2,767	3,699	3,520	3,139	3,325	2,866
17	3,755	3,570	3,275	2,900	2,710	3,670	3,480	3,105	3,285	2,820
18	3,770	3,585	3,300	2,920	2,720	3,670	3,495	3,115	3,305	2,825
19	3,740	3,565	3,275	2,870	2,665	3,665	3,465	3,070	3,250	2,775
20	3,810	3,620	3,330	2,950	2,765	3,715	3,530	3,145	3,330	2,865
21	3,770	3,595	3,305	2,935	2,745	3,680	3,505	3,125	3,310	2,850
22	3,775	3,580	3,280	2,885	2,685	3,680	3,485	3,080	3,285	2,795
23	3,735	3,545	3,270	2,925	2,745	3,650	3,475	3,100	3,285	2,850
24	3,780	3,590	3,290	2,905	2,705	3,680	3,490	3,110	3,295	2,820
25	3,775	3,595	3,300	2,905	2,715	3,690	3,505	3,120	3,300	2,825
26	3,700	3,545	3,270	2,885	2,710	3,655	3,470	3,090	3,270	2,790
27	3,735	3,580	3,305	2,940	2,760	3,665	3,480	3,130	3,305	2,855
28	3,740	3,560	3,250	2,850	2,650	3,665	3,470	3,055	3,245	2,760
29	3,805	3,610	3,325	2,950	2,760	3,705	3,525	3,150	3,340	2,870
M	3,763	3,584	3,297	2,920	2,730	3,681	3,497	3,116	3,302	2,834
REF.	3,764	3,584	3,297	2,920	2,730	3,681	3,497	3,116	3,302	2,835
SD	0,026	0,020	0,023	0,032	0,039	0,020	0,021	0,029	0,027	0,038

M = mean per sample

REF. = reference values

SD = standard deviation per sample

*: discarded data using the test of Grubbs 5 %

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528,
of 29 laboratories using the Routine method ISO 9622 | IDF 141, after outliers discarding using Grubbs test at 5 %
risk level.

Table IV : Outlier identification

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Outliers Cochran										
Outlier Grubbs							11		2	
sr	0,011	0,005	0,006	0,006	0,005	0,006	0,007	0,006	0,006	0,006
SR	0,027	0,021	0,023	0,033	0,039	0,021	0,022	0,029	0,027	0,038

Table V : ACCURACY - differences (laboratory - reference) in g / 100 g

Sample Lab Code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	+ 0,024	+ 0,015	+ 0,035	+ 0,048	+ 0,062	+ 0,030	+ 0,012	+ 0,048	+ 0,000	+ 0,066	+ 0,034	0,022	4,90
2	- 0,014	- 0,004	+ 0,003	+ 0,045	+ 0,070	- 0,001	+ 0,018	+ 0,019	+ 0,103	+ 0,060	+ 0,030	0,038	2,49
3	+ 0,001	+ 0,026	+ 0,023	+ 0,025	+ 0,000	+ 0,009	+ 0,028	+ 0,029	+ 0,023	+ 0,000	+ 0,016	0,012	4,27
4	+ 0,011	- 0,009	- 0,012	- 0,025	- 0,030	+ 0,004	+ 0,003	- 0,006	+ 0,003	- 0,015	- 0,008	0,013	1,79
5	+ 0,036	+ 0,011	- 0,012	- 0,045	- 0,065	+ 0,019	+ 0,008	- 0,036	- 0,012	- 0,060	- 0,016	0,035	1,42
6	- 0,009	- 0,004	- 0,002	+ 0,005	+ 0,000	- 0,011	+ 0,003	- 0,001	+ 0,008	+ 0,005	- 0,001	0,006	0,29
7	+ 0,026	+ 0,031	+ 0,038	+ 0,055	+ 0,055	+ 0,024	+ 0,038	+ 0,039	+ 0,028	+ 0,055	+ 0,039	0,012	10,05
8	- 0,004	- 0,004	+ 0,008	+ 0,025	+ 0,035	- 0,006	- 0,002	+ 0,009	+ 0,013	+ 0,020	+ 0,009	0,014	2,15
9	- 0,024	- 0,034	- 0,037	- 0,045	- 0,050	- 0,041	- 0,037	- 0,046	- 0,042	- 0,055	- 0,041	0,009	14,78
10	- 0,029	- 0,024	- 0,017	- 0,010	- 0,005	- 0,026	- 0,027	- 0,016	- 0,022	- 0,015	- 0,019	0,008	7,76
11	- 0,006	- 0,000	+ 0,010	+ 0,028	+ 0,042	+ 0,030	+ 1,602	+ 0,038	+ 0,025	+ 0,061	+ 0,183	0,499	1,16
12	+ 0,036	+ 0,026	+ 0,027	+ 0,020	+ 0,020	+ 0,027	+ 0,021	+ 0,018	+ 0,031	+ 0,017	+ 0,024	0,006	12,50
13	- 0,008	- 0,003	- 0,018	- 0,028	- 0,028	- 0,016	- 0,009	- 0,017	- 0,002	- 0,026	- 0,016	0,010	4,98
14	- 0,034	- 0,014	- 0,007	- 0,005	- 0,010	- 0,021	- 0,017	- 0,021	- 0,017	- 0,010	- 0,016	0,008	5,85
15	- 0,009	+ 0,011	+ 0,018	+ 0,010	+ 0,010	+ 0,014	+ 0,023	+ 0,024	+ 0,053	+ 0,000	+ 0,015	0,016	2,99
16	+ 0,017	+ 0,019	+ 0,021	+ 0,028	+ 0,037	+ 0,018	+ 0,023	+ 0,022	+ 0,022	+ 0,031	+ 0,024	0,006	12,33
17	- 0,009	- 0,014	- 0,022	- 0,020	- 0,020	- 0,011	- 0,017	- 0,011	- 0,017	- 0,015	- 0,016	0,005	10,91
18	+ 0,006	+ 0,001	+ 0,003	- 0,000	- 0,010	- 0,011	- 0,002	- 0,001	+ 0,003	- 0,010	- 0,002	0,006	1,08
19	- 0,024	- 0,019	- 0,022	- 0,050	- 0,065	- 0,016	- 0,032	- 0,046	- 0,052	- 0,060	- 0,039	0,018	6,72
20	+ 0,046	+ 0,036	+ 0,033	+ 0,030	+ 0,035	+ 0,034	+ 0,033	+ 0,029	+ 0,028	+ 0,030	+ 0,033	0,005	19,83
21	+ 0,006	+ 0,011	+ 0,008	+ 0,015	+ 0,015	- 0,001	+ 0,008	+ 0,009	+ 0,008	+ 0,015	+ 0,009	0,005	6,04
22	+ 0,011	- 0,004	- 0,017	- 0,035	- 0,045	- 0,001	- 0,012	- 0,036	- 0,017	- 0,040	- 0,020	0,019	3,29
23	- 0,029	- 0,039	- 0,027	+ 0,005	+ 0,015	- 0,031	- 0,022	- 0,016	- 0,017	+ 0,015	- 0,015	0,020	2,36
24	+ 0,016	+ 0,006	- 0,007	- 0,015	- 0,025	- 0,001	- 0,007	- 0,006	- 0,007	- 0,015	- 0,006	0,012	1,66
25	+ 0,011	+ 0,011	+ 0,003	- 0,015	- 0,015	+ 0,009	+ 0,008	+ 0,004	- 0,002	- 0,010	+ 0,000	0,010	0,14
26	- 0,064	- 0,039	- 0,027	- 0,035	- 0,020	- 0,026	- 0,027	- 0,026	- 0,032	- 0,045	- 0,034	0,013	8,52
27	- 0,029	- 0,004	+ 0,008	+ 0,020	+ 0,030	- 0,016	- 0,017	+ 0,014	+ 0,003	+ 0,020	+ 0,003	0,019	0,49
28	- 0,024	- 0,024	- 0,047	- 0,070	- 0,080	- 0,016	- 0,027	- 0,061	- 0,057	- 0,075	- 0,048	0,024	6,36
29	+ 0,041	+ 0,026	+ 0,028	+ 0,030	+ 0,030	+ 0,024	+ 0,028	+ 0,034	+ 0,038	+ 0,035	+ 0,031	0,005	18,11
d	- 0,001	- 0,000	- 0,000	- 0,001	- 0,000	- 0,000	+ 0,000	- 0,000	- 0,001	- 0,000	+ 0,006	0,098	
Sd	0,026	0,020	0,023	0,032	0,039	0,020	0,021	0,029	0,027	0,038	0,028		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = +/ - 0,025 \text{ g / 100 g}$ Sd = 0,020 g / 100 g**ISO 9622 | IDF141 : Precision of the method :**

$S_r = 0,014 \text{ g / 100 g}$

$SR = 0,04 \text{ g / 100 g}$

Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,94	+0,72	+1,55	+1,47	+1,58	+1,46	+0,54	+1,67	+0,01	+1,74
2	-0,52	-0,20	+0,13	+1,38	+1,79	-0,04	+0,84	+0,66	+3,83	+1,59
3	+0,06	+1,27	+1,02	+0,76	+0,00	+0,45	+1,31	+1,01	+0,84	+0,01
4	+0,44	-0,44	-0,54	-0,78	-0,77	+0,20	+0,15	-0,21	+0,10	-0,38
5	+1,41	+0,54	-0,54	-1,40	-1,66	+0,94	+0,38	-1,26	-0,46	-1,56
6	-0,33	-0,20	-0,09	+0,15	+0,00	-0,53	+0,15	-0,04	+0,28	+0,14
7	+1,02	+1,52	+1,69	+1,69	+1,41	+1,18	+1,77	+1,36	+1,03	+1,46
8	-0,14	-0,20	+0,35	+0,76	+0,89	-0,28	-0,09	+0,31	+0,47	+0,54
9	-0,91	-1,67	-1,65	-1,40	-1,28	-2,00	-1,72	-1,61	-1,58	-1,43
10	-1,11	-1,18	-0,76	-0,32	-0,13	-1,26	-1,25	-0,56	-0,84	-0,38
11	-0,22	-0,02	+0,44	+0,85	+1,07	+1,46	+74,57	+1,32	+0,94	+1,60
12	+1,41	+1,27	+1,20	+0,61	+0,51	+1,31	+0,98	+0,62	+1,14	+0,46
13	-0,31	-0,15	-0,80	-0,87	-0,71	-0,80	-0,41	-0,60	-0,07	-0,68
14	-1,30	-0,69	-0,31	-0,16	-0,25	-1,02	-0,79	-0,74	-0,65	-0,25
15	-0,33	+0,54	+0,80	+0,30	+0,26	+0,69	+1,08	+0,83	+1,96	+0,01
16	+0,68	+0,95	+0,95	+0,86	+0,93	+0,89	+1,05	+0,78	+0,83	+0,83
17	-0,33	-0,69	-0,98	-0,62	-0,51	-0,53	-0,79	-0,39	-0,65	-0,38
18	+0,25	+0,05	+0,13	-0,01	-0,25	-0,53	-0,09	-0,04	+0,10	-0,25
19	-0,91	-0,93	-0,98	-1,55	-1,66	-0,77	-1,48	-1,61	-1,96	-1,56
20	+1,80	+1,76	+1,46	+0,92	+0,89	+1,67	+1,54	+1,01	+1,03	+0,80
21	+0,25	+0,54	+0,35	+0,46	+0,38	-0,04	+0,38	+0,31	+0,28	+0,41
22	+0,44	-0,20	-0,76	-1,09	-1,15	-0,04	-0,55	-1,26	-0,65	-1,04
23	-1,11	-1,91	-1,20	+0,15	+0,38	-1,51	-1,02	-0,56	-0,65	+0,41
24	+0,64	+0,29	-0,31	-0,47	-0,64	-0,04	-0,32	-0,21	-0,28	-0,38
25	+0,44	+0,54	+0,13	-0,47	-0,38	+0,45	+0,38	+0,14	-0,09	-0,25
26	-2,46	-1,91	-1,20	-1,09	-0,51	-1,26	-1,25	-0,91	-1,21	-1,17
27	-1,11	-0,20	+0,35	+0,61	+0,77	-0,77	-0,79	+0,48	+0,10	+0,54
28	-0,91	-1,18	-2,09	-2,17	-2,04	-0,77	-1,25	-2,14	-2,14	-1,96
29	+1,61	+1,27	+1,24	+0,92	+0,77	+1,18	+1,31	+1,18	+1,40	+0,93

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 2 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the PT standard deviation

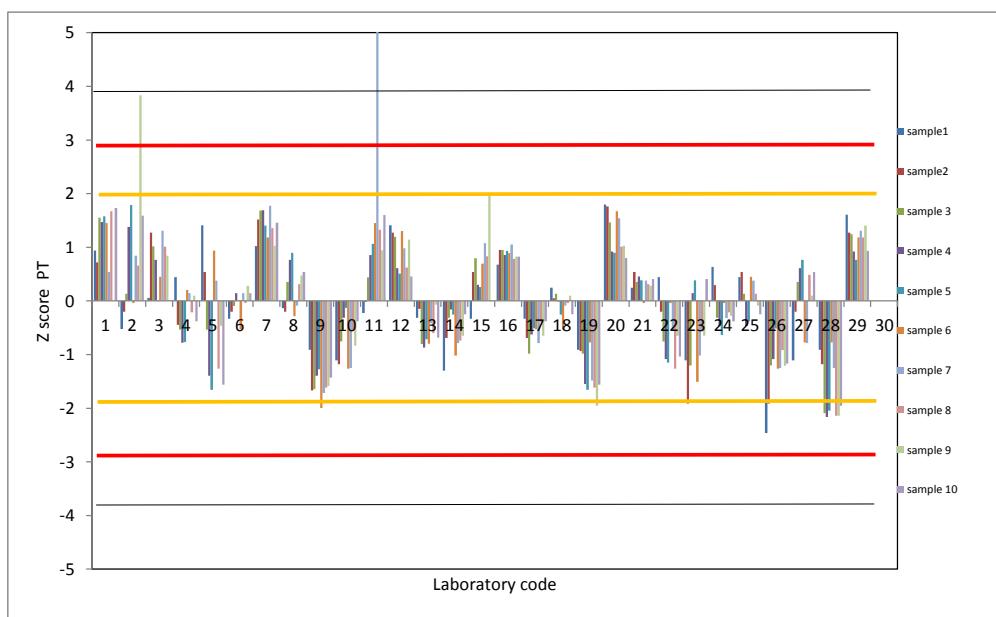


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,61	+0,37	+0,87	+1,19	+1,54	+0,74	+0,29	+1,20	+0,01	+1,65
2	-0,34	-0,10	+0,07	+1,12	+1,75	-0,02	+0,45	+0,47	+2,57	+1,51
3	+0,04	+0,65	+0,57	+0,62	+0,00	+0,23	+0,70	+0,72	+0,57	+0,01
4	+0,29	-0,23	-0,30	-0,63	-0,75	+0,10	+0,08	-0,15	+0,07	-0,36
5	+0,91	+0,27	-0,30	-1,13	-1,62	+0,48	+0,20	-0,90	-0,31	-1,49
6	-0,21	-0,10	-0,05	+0,12	+0,00	-0,27	+0,08	-0,03	+0,19	+0,14
7	+0,66	+0,77	+0,95	+1,37	+1,38	+0,60	+0,95	+0,97	+0,69	+1,39
8	-0,09	-0,10	+0,20	+0,62	+0,88	-0,15	-0,05	+0,22	+0,32	+0,51
9	-0,59	-0,85	-0,93	-1,13	-1,25	-1,02	-0,92	-1,15	-1,06	-1,36
10	-0,71	-0,60	-0,43	-0,26	-0,12	-0,65	-0,67	-0,40	-0,56	-0,36
11	-0,14	-0,01	+0,25	+0,69	+1,04	+0,74	+40,04	+0,95	+0,63	+1,53
12	+0,91	+0,65	+0,67	+0,49	+0,50	+0,67	+0,53	+0,45	+0,77	+0,44
13	-0,20	-0,08	-0,45	-0,71	-0,70	-0,41	-0,22	-0,43	-0,05	-0,65
14	-0,84	-0,35	-0,18	-0,13	-0,25	-0,52	-0,42	-0,53	-0,43	-0,24
15	-0,21	+0,27	+0,45	+0,24	+0,25	+0,35	+0,58	+0,60	+1,32	+0,01
16	+0,44	+0,49	+0,54	+0,69	+0,91	+0,45	+0,57	+0,56	+0,55	+0,79
17	-0,21	-0,35	-0,55	-0,51	-0,50	-0,27	-0,42	-0,28	-0,43	-0,36
18	+0,16	+0,02	+0,07	-0,01	-0,25	-0,27	-0,05	-0,03	+0,07	-0,24
19	-0,59	-0,48	-0,55	-1,26	-1,62	-0,40	-0,80	-1,15	-1,31	-1,49
20	+1,16	+0,90	+0,82	+0,74	+0,88	+0,85	+0,83	+0,72	+0,69	+0,76
21	+0,16	+0,27	+0,20	+0,37	+0,38	-0,02	+0,20	+0,22	+0,19	+0,39
22	+0,29	-0,10	-0,43	-0,88	-1,12	-0,02	-0,30	-0,90	-0,43	-0,99
23	-0,71	-0,98	-0,68	+0,12	+0,38	-0,77	-0,55	-0,40	-0,43	+0,39
24	+0,41	+0,15	-0,18	-0,38	-0,62	-0,02	-0,17	-0,15	-0,18	-0,36
25	+0,29	+0,27	+0,07	-0,38	-0,37	+0,23	+0,20	+0,10	-0,06	-0,24
26	-1,59	-0,98	-0,68	-0,88	-0,50	-0,65	-0,67	-0,65	-0,81	-1,11
27	-0,71	-0,10	+0,20	+0,49	+0,75	-0,40	-0,42	+0,35	+0,07	+0,51
28	-0,59	-0,60	-1,18	-1,76	-2,00	-0,40	-0,67	-1,53	-1,43	-1,86
29	+1,04	+0,65	+0,70	+0,74	+0,75	+0,60	+0,70	+0,85	+0,94	+0,89

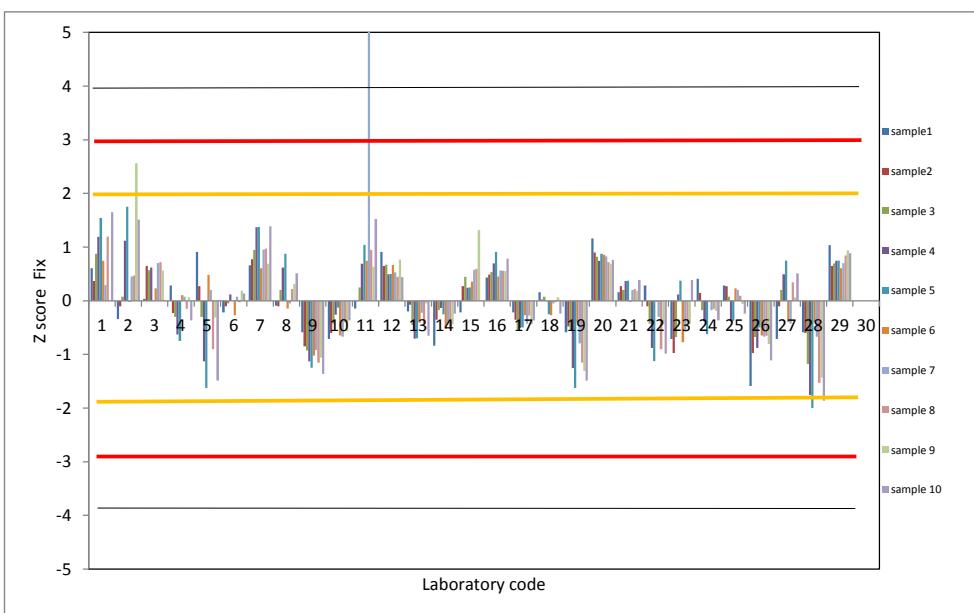
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

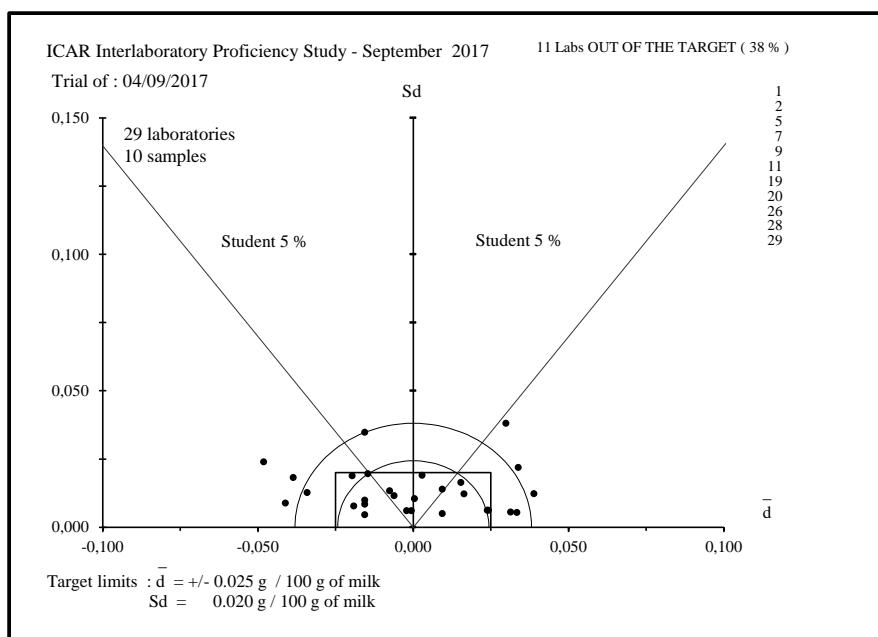
In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 3 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method



**Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).**

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
Protein Routine method
Sep 17

Name	City	Country
Alip	Sousada	Portugal
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shrop	England
Comité du Lait ASBL	Battice	Belgium
Croatian Central Laboratory for Milk Quality Control	Krizevci	Croatia
Dairy Cattle Research Center of Shandong A. Agr. Sciences	Shandong	China
Deltamune	Centurion 014	South Africa
Direction de l' Amelioration Genetique	Sidi Thabet	Tunisie
Eastern Lab services	Medina	USA
Eurofins Steins Laboratory A/B	SE-553 02 Jön	Sweden
Eurofins Steins Laboratory A/S	DK-6600 Vejer	Denmark
Laborator pro rozbor mléka Brno,	Brno	Czech Republic
Laborator pro rozbor mléka Bustehrad,	Bustehrad	Czech Republic
Laboratorija Poljoprivredni fakultet Novi Sad,	Novi Sad	Serbia
Laboratorio Standard Latte	Maccarese	Italy
Laboratorium Oceny Mleka KCHZ Parzniewie	Pruszkow	Poland
Merieux NutriScience J Bay	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa (Midrand)	Midrand	South Africa
Milchprüfung Baden-Württemberg e.V.	Kirchheim unt	Germany
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	Finland
Shangai dairy breeding center Co.Ltd	Shanghai	China
SuisseLab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock Research Institute	Taiwan	Taiwan
Teagasc Food research Center	Moorepark, F	IR
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Seinajoki	Finland
Vetlab Agricultural Showgroups	Lusaka	Zambia



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

September 2017

Raw Milk

Determination of LACTOSE CONTENT

Routine method

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
Contact :	Gavin Scott gavin@milktest.co.nz
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org

Table I : Ranking of the laboratories Units : g / 100 g

Nb	%	Nº	d	Sd	D
1	4	18	+ 0,016	0,009	0,018
2	9	12	+ 0,005	0,020	0,021
3	13	6	+ 0,020	0,010	0,023
4	17	7	+ 0,020	0,011	0,023
5	22	4	- 0,027	0,011	0,029
6	26	17	+ 0,029	0,008	0,030
7	30	16	+ 0,032	0,024	0,040
8	35	1	- 0,022	0,037	0,043
9	39	23	+ 0,050	0,008	0,050
10	43	13	- 0,050	0,019	0,054
11	48	22	- 0,054	0,009	0,055
12	52	15	+ 0,067	0,011	0,068
13	57	9	- 0,067	0,017	0,069
14	61	21	- 0,074	0,010	0,075
15	65	2	+ 0,075	0,011	0,076
16	70	11	+ 0,073	0,025	0,077
17	74	5	- 0,025	0,074	0,078
18	78	8	- 0,079	0,010	0,079
19	83	14	- 0,090	0,013	0,091
20	87	3	- 0,095	0,017	0,097
21	91	10	+ 0,095	0,020	0,097
22	96	19	+ 0,154	0,014	0,154
23	100	20	- 0,293	0,035	0,295

The table should be studied in parallel with figure 1 where the laboratories are located according to an acceptability area (or target) the limits of which are :

+/- 0.100 g / 100 g for \bar{d} and 0.100 g / 100g for Sd

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 23 sets of results send by 23 laboratories using routine method ISO 9622 | IDF 141, after outlier discarding using Grubbs test at 5 % risk level

(NC : OUT of RANKING because of insufficient data number)

(Nb : laboratory rank; % : relative rank)

(Nº : laboratory identification number)

(d et Sd : mean and standard deviation of the differences (laboratory -reference))

(D : Euclidian distance to YX-axis origin = SQUARE ROOT.(d² + Sd²))

Note : Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation.

Repeatability standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran elimination at 5 %)

S_{r_{PT}} 0,007

Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)

S_{R_{PT}} 0,072

Table II : REPEATABILITY - Absolute difference between replicates in g / 100 g

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Sr	NL
1	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,020	0,000	0,006	20
2	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,020	0,030	0,010	0,010	0,010	0,010	20
3	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,004	20
4	0,000	0,000	0,000	0,020	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,005	20
5	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,011	0,000	0,001	0,010	0,011	0,005	20
6	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,005	20
7	0,020	0,020	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,005	0,008	20
8	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,004	20
9	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,005	20
10	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,020	0,010	0,010	0,000	0,007	20
11	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,004	20
12	0,005	0,005	0,004	0,003	0,001	0,000	0,000	0,003	0,000	0,000	0,002	20
13	0,000	0,010	0,020	0,010	0,100 *	0,000	0,010	0,010	0,010	0,020	0,024	20
14	0,021	0,021	0,021	0,031	0,021	0,025	0,021	0,021	0,042 *	0,031 *	0,019	20
15	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,004	20
16	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,020	0,020	0,008	20
17	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,004	20
18	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,005	20
19	0,020	0,010	0,020	0,020	0,020	0,030	0,020	0,010	0,010	0,010	0,013	20
20	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,006	20
21	0,008	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,007	0,032 *	0,011	0,010	0,009	20
22	0,030	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,007	20
23	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,002	20
Sr	0,008	0,006	0,006	0,008	0,016	0,008	0,008	0,007	0,009	0,008		460
NE	46	46	46	46	46	46	46	46	46	46		
L	0,033	0,026	0,024	0,032	0,022	0,031	0,031	0,022	0,028	0,025		

Sr : repeatability standard deviation of each laboratory limit 0,014 g/100g

NL : number of measurements per laboratory

L : Limit for difference between duplicates according Cochran test at 5% level.

SE : repeatability standard deviation per sample

NE : number of measurements per sample

*: discarded data using the test of Cochran at 5 %

** : missing data

r : limit of repeatability, absolute difference between two replicates=0,040 according ISO 9622 | IDF 141

Table III : Means of the replicates in g / 100 g

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	5,045	5,000	4,920	4,840	4,730	4,675	4,610	4,565	4,510	4,620
2	5,200	5,160	5,065	4,955	4,825	4,760	4,675	4,605	4,545	4,695
3	5,010	4,950	4,860	4,770	4,660	4,595	4,530	4,470	4,405	4,535
4	5,080	5,030	4,950	4,840	4,730	4,665	4,580	4,530	4,455	4,610
5	5,094	5,031	4,936	4,847	4,726	4,658	4,589	4,526	4,626	4,458
6	5,155	5,090	5,000	4,895	4,765	4,700	4,625	4,560	4,485	4,665
7	5,170	5,090	4,995	4,905	4,765	4,705	4,630	4,560	4,485	4,633
8	5,035	4,985	4,890	4,795	4,670	4,600	4,530	4,470	4,405	4,570
9	5,085	5,015	4,920	4,820	4,680	4,610	4,525	4,465	4,385	4,565
10	5,255	5,175	5,085	4,980	4,840	4,765	4,700	4,615	4,545	4,730
11	5,240	5,170	5,070	4,965	4,815	4,750	4,665	4,600	4,520	4,670
12	5,167	5,092	4,986	4,889	4,750	4,685	4,591	4,535	4,457	4,643
13	5,070	5,015	4,940	4,835	4,740	4,630	4,535	4,505	4,405	4,560
14	5,020	4,978	4,883	4,773	4,652	4,598	4,526	4,484	4,389	4,542
15	5,205	5,140	5,045	4,945	4,810	4,740	4,670	4,610	4,530	4,710
16	5,125	5,080	4,990	4,890	4,780	4,725	4,665	4,605	4,550	4,650
17	5,160	5,095	5,000	4,905	4,780	4,710	4,635	4,570	4,500	4,670
18	5,140	5,075	4,990	4,895	4,775	4,690	4,620	4,570	4,485	4,655
19	5,290	5,235	5,110	5,040	4,910	4,835	4,760	4,685	4,615	4,795
20	4,785 *	4,735 *	4,650 *	4,565 *	4,440 *	4,405 *	4,340 *	4,285 *	4,225 *	4,375
21	5,046	4,984	4,894	4,800	4,673	4,611	4,534	4,479	4,406	4,573
22	5,065	5,015	4,920	4,830	4,700	4,620	4,550	4,490	4,420	4,590
23	5,180	5,110	5,020	4,930	4,800	4,730	4,660	4,595	4,520	4,690
M	5,129	5,069	4,976	4,879	4,753	4,684	4,609	4,550	4,484	4,618
REF.	5,127	5,067	4,975	4,877	4,751	4,682	4,607	4,548	4,481	4,623
SD	0,080	0,075	0,071	0,071	0,066	0,065	0,066	0,059	0,070	0,091

M = mean per sample

REF. = reference values

SD = standard deviation per sample

*: discarded data using the test of Grubbs 5 %

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528,
of 23 laboratories using the Routine method ISO 9622 | IDF 141 , after outliers discarding using Grubbs test at 5 % risk level.

Table IV : Outlier identification

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Outliers Cochran					13			21	14	14
Outlier Grubbs	20	20	20	20	20	20	20	20	20	
sr	0,008	0,006	0,006	0,008	0,006	0,008	0,008	0,005	0,007	0,006
SR	0,080	0,076	0,071	0,072	0,068	0,065	0,067	0,059	0,069	0,092

Table V : ACCURACY - differences (laboratory - reference) in g / 100 g

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	- 0,082	- 0,067	- 0,055	- 0,037	- 0,021	- 0,007	+ 0,003	+ 0,017	+ 0,029	- 0,003	- 0,022	0,037	1,91
2	+ 0,073	+ 0,093	+ 0,090	+ 0,078	+ 0,074	+ 0,078	+ 0,068	+ 0,057	+ 0,064	+ 0,072	+ 0,075	0,011	21,55
3	- 0,117	- 0,117	- 0,115	- 0,107	- 0,091	- 0,087	- 0,077	- 0,078	- 0,076	- 0,088	- 0,095	0,017	17,65
4	- 0,047	- 0,037	- 0,025	- 0,037	- 0,021	- 0,017	- 0,027	- 0,018	- 0,026	- 0,013	- 0,027	0,011	7,88
5	- 0,033	- 0,036	- 0,039	- 0,030	- 0,025	- 0,025	- 0,018	- 0,022	+ 0,145	- 0,165	- 0,025	0,074	1,06
6	+ 0,028	+ 0,023	+ 0,025	+ 0,018	+ 0,014	+ 0,018	+ 0,018	+ 0,012	+ 0,004	+ 0,042	+ 0,020	0,010	6,21
7	+ 0,043	+ 0,023	+ 0,020	+ 0,028	+ 0,014	+ 0,023	+ 0,023	+ 0,012	+ 0,004	+ 0,010	+ 0,020	0,011	5,81
8	- 0,092	- 0,082	- 0,085	- 0,082	- 0,081	- 0,082	- 0,077	- 0,078	- 0,076	- 0,053	- 0,079	0,010	24,29
9	- 0,042	- 0,052	- 0,055	- 0,057	- 0,071	- 0,072	- 0,082	- 0,083	- 0,096	- 0,058	- 0,067	0,017	12,59
10	+ 0,128	+ 0,108	+ 0,110	+ 0,103	+ 0,089	+ 0,083	+ 0,093	+ 0,067	+ 0,064	+ 0,107	+ 0,095	0,020	15,06
11	+ 0,113	+ 0,103	+ 0,095	+ 0,088	+ 0,064	+ 0,068	+ 0,058	+ 0,052	+ 0,039	+ 0,047	+ 0,073	0,025	9,07
12	+ 0,039	+ 0,025	+ 0,011	+ 0,012	- 0,001	+ 0,003	- 0,016	- 0,013	- 0,024	+ 0,020	+ 0,005	0,020	0,87
13	- 0,057	- 0,052	- 0,035	- 0,042	- 0,011	- 0,052	- 0,072	- 0,043	- 0,076	- 0,063	- 0,050	0,019	8,33
14	- 0,108	- 0,089	- 0,093	- 0,104	- 0,099	- 0,085	- 0,082	- 0,064	- 0,092	- 0,081	- 0,090	0,013	22,18
15	+ 0,078	+ 0,073	+ 0,070	+ 0,068	+ 0,059	+ 0,058	+ 0,063	+ 0,062	+ 0,049	+ 0,087	+ 0,067	0,011	19,23
16	- 0,002	+ 0,013	+ 0,015	+ 0,013	+ 0,029	+ 0,043	+ 0,058	+ 0,057	+ 0,069	+ 0,027	+ 0,032	0,024	4,32
17	+ 0,033	+ 0,028	+ 0,025	+ 0,028	+ 0,029	+ 0,028	+ 0,028	+ 0,022	+ 0,019	+ 0,047	+ 0,029	0,008	12,03
18	+ 0,013	+ 0,008	+ 0,015	+ 0,018	+ 0,024	+ 0,008	+ 0,013	+ 0,022	+ 0,004	+ 0,032	+ 0,016	0,009	5,76
19	+ 0,163	+ 0,168	+ 0,135	+ 0,163	+ 0,159	+ 0,153	+ 0,153	+ 0,137	+ 0,134	+ 0,172	+ 0,154	0,014	34,66
20	- 0,342	- 0,332	- 0,325	- 0,312	- 0,311	- 0,277	- 0,267	- 0,263	- 0,256	- 0,248	- 0,293	0,035	26,67
21	- 0,081	- 0,083	- 0,081	- 0,077	- 0,078	- 0,071	- 0,074	- 0,069	- 0,076	- 0,050	- 0,074	0,010	24,33
22	- 0,062	- 0,052	- 0,055	- 0,047	- 0,051	- 0,062	- 0,057	- 0,058	- 0,061	- 0,033	- 0,054	0,009	18,91
23	+ 0,053	+ 0,043	+ 0,045	+ 0,053	+ 0,049	+ 0,048	+ 0,053	+ 0,047	+ 0,039	+ 0,067	+ 0,050	0,008	20,53
d	+ 0,001	+ 0,002	+ 0,001	+ 0,002	+ 0,003	+ 0,002	+ 0,002	+ 0,002	+ 0,003	- 0,005	- 0,010	0,091	
Sd	0,080	0,075	0,071	0,071	0,066	0,065	0,066	0,059	0,070	0,091	0,072		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = +/- 0,100 \text{ g / 100g}$ Sd = 0,100 g / 100g

ISO 9622 | IDF141 : Precision of the method : Sr = 0,014 g / 100 g
SR = 0,04 g / 100 g

Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	-1,03	-0,88	-0,78	-0,52	-0,32	-0,11	+0,04	+0,29	+0,41	-0,03
2	+0,91	+1,24	+1,27	+1,09	+1,12	+1,20	+1,02	+0,96	+0,91	+0,79
3	-1,47	-1,55	-1,63	-1,50	-1,38	-1,34	-1,16	-1,31	-1,08	-0,96
4	-0,59	-0,49	-0,35	-0,52	-0,32	-0,26	-0,41	-0,30	-0,37	-0,14
5	-0,42	-0,47	-0,55	-0,42	-0,38	-0,38	-0,27	-0,37	+2,06	-1,81
6	+0,34	+0,31	+0,35	+0,25	+0,21	+0,27	+0,27	+0,21	+0,05	+0,46
7	+0,53	+0,31	+0,28	+0,39	+0,21	+0,35	+0,35	+0,21	+0,05	+0,11
8	-1,16	-1,08	-1,21	-1,15	-1,23	-1,26	-1,16	-1,31	-1,08	-0,58
9	-0,53	-0,68	-0,78	-0,80	-1,07	-1,11	-1,24	-1,39	-1,37	-0,63
10	+1,59	+1,44	+1,56	+1,45	+1,35	+1,27	+1,40	+1,13	+0,91	+1,17
11	+1,41	+1,37	+1,35	+1,23	+0,97	+1,04	+0,87	+0,88	+0,55	+0,52
12	+0,49	+0,33	+0,16	+0,16	-0,02	+0,04	-0,24	-0,22	-0,34	+0,22
13	-0,72	-0,68	-0,50	-0,59	-0,16	-0,80	-1,09	-0,72	-1,08	-0,69
14	-1,35	-1,18	-1,31	-1,47	-1,51	-1,30	-1,23	-1,08	-1,31	-0,89
15	+0,97	+0,97	+0,99	+0,95	+0,90	+0,89	+0,95	+1,05	+0,69	+0,96
16	-0,03	+0,18	+0,21	+0,18	+0,44	+0,66	+0,87	+0,96	+0,98	+0,30
17	+0,41	+0,38	+0,35	+0,39	+0,44	+0,43	+0,42	+0,38	+0,27	+0,52
18	+0,16	+0,11	+0,21	+0,25	+0,37	+0,12	+0,19	+0,38	+0,05	+0,35
19	+2,03	+2,23	+1,91	+2,29	+2,41	+2,35	+2,31	+2,31	+1,90	+1,89
20	-4,28	-4,40	-4,61	-4,38	-4,71	-4,25	-4,03	-4,42	-3,64	-2,72
21	-1,02	-1,10	-1,15	-1,08	-1,18	-1,09	-1,11	-1,16	-1,08	-0,55
22	-0,78	-0,68	-0,78	-0,66	-0,77	-0,95	-0,86	-0,97	-0,87	-0,36
23	+0,66	+0,57	+0,64	+0,74	+0,75	+0,74	+0,80	+0,80	+0,55	+0,74

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 2 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the PT standard deviation

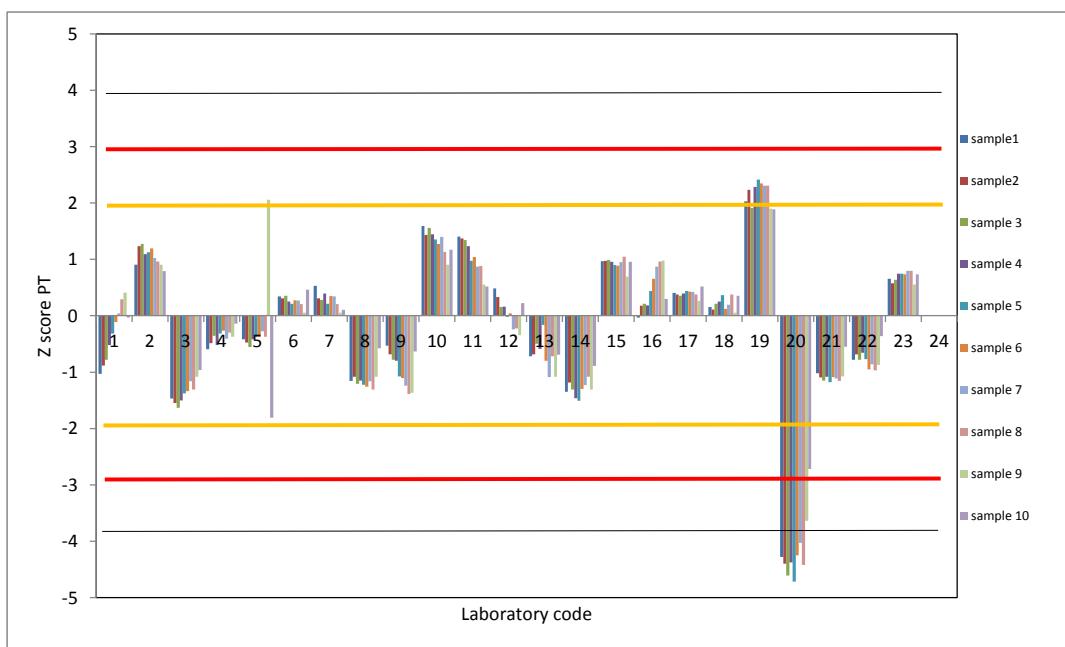


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

Sample code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	-2,06	-1,67	-1,38	-0,92	-0,52	-0,18	+0,07	+0,43	+0,72	-0,07
2	+1,81	+2,33	+2,25	+1,95	+1,85	+1,95	+1,70	+1,43	+1,59	+1,81
3	-2,94	-2,92	-2,88	-2,67	-2,27	-2,18	-1,93	-1,94	-1,91	-2,19
4	-1,19	-0,92	-0,63	-0,92	-0,52	-0,43	-0,68	-0,44	-0,66	-0,32
5	-0,84	-0,89	-0,98	-0,75	-0,62	-0,61	-0,45	-0,55	+3,62	-4,13
6	+0,69	+0,58	+0,62	+0,45	+0,35	+0,45	+0,45	+0,31	+0,09	+1,06
7	+1,06	+0,58	+0,50	+0,70	+0,35	+0,57	+0,57	+0,31	+0,09	+0,24
8	-2,31	-2,04	-2,13	-2,05	-2,02	-2,05	-1,93	-1,94	-1,91	-1,32
9	-1,06	-1,29	-1,38	-1,42	-1,77	-1,80	-2,05	-2,07	-2,41	-1,44
10	+3,19	+2,71	+2,75	+2,58	+2,23	+2,07	+2,32	+1,68	+1,59	+2,68
11	+2,81	+2,58	+2,37	+2,20	+1,60	+1,70	+1,45	+1,31	+0,97	+1,18
12	+0,98	+0,62	+0,27	+0,29	-0,03	+0,07	-0,40	-0,33	-0,61	+0,51
13	-1,44	-1,29	-0,88	-1,05	-0,27	-1,30	-1,80	-1,07	-1,91	-1,57
14	-2,70	-2,23	-2,31	-2,61	-2,48	-2,11	-2,04	-1,60	-2,31	-2,03
15	+1,94	+1,83	+1,75	+1,70	+1,48	+1,45	+1,57	+1,56	+1,22	+2,18
16	-0,06	+0,33	+0,37	+0,33	+0,73	+1,07	+1,45	+1,43	+1,72	+0,68
17	+0,81	+0,71	+0,62	+0,70	+0,73	+0,70	+0,70	+0,56	+0,47	+1,18
18	+0,31	+0,21	+0,37	+0,45	+0,60	+0,20	+0,32	+0,56	+0,09	+0,81
19	+4,06	+4,21	+3,37	+4,08	+3,98	+3,82	+3,82	+3,43	+3,34	+4,31
20	-8,56	-8,29	-8,13	-7,80	-7,77	-6,93	-6,68	-6,57	-6,41	-6,19
21	-2,04	-2,07	-2,03	-1,92	-1,95	-1,78	-1,84	-1,72	-1,89	-1,24
22	-1,56	-1,29	-1,38	-1,17	-1,27	-1,55	-1,43	-1,44	-1,53	-0,82
23	+1,31	+1,08	+1,12	+1,33	+1,23	+1,20	+1,32	+1,18	+0,97	+1,68

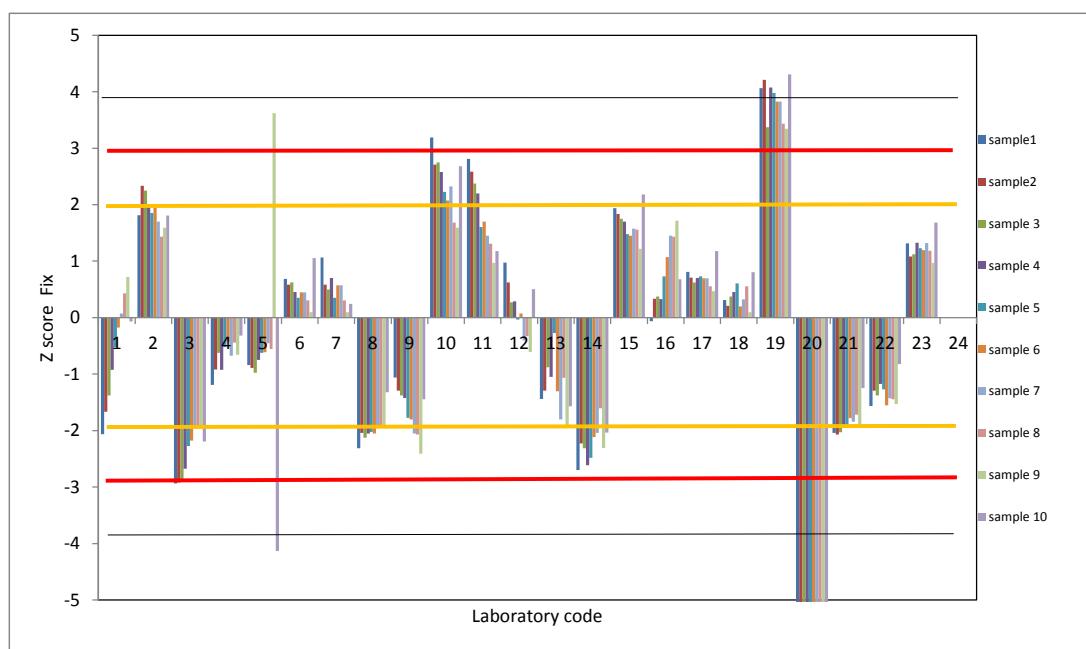
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 3 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method



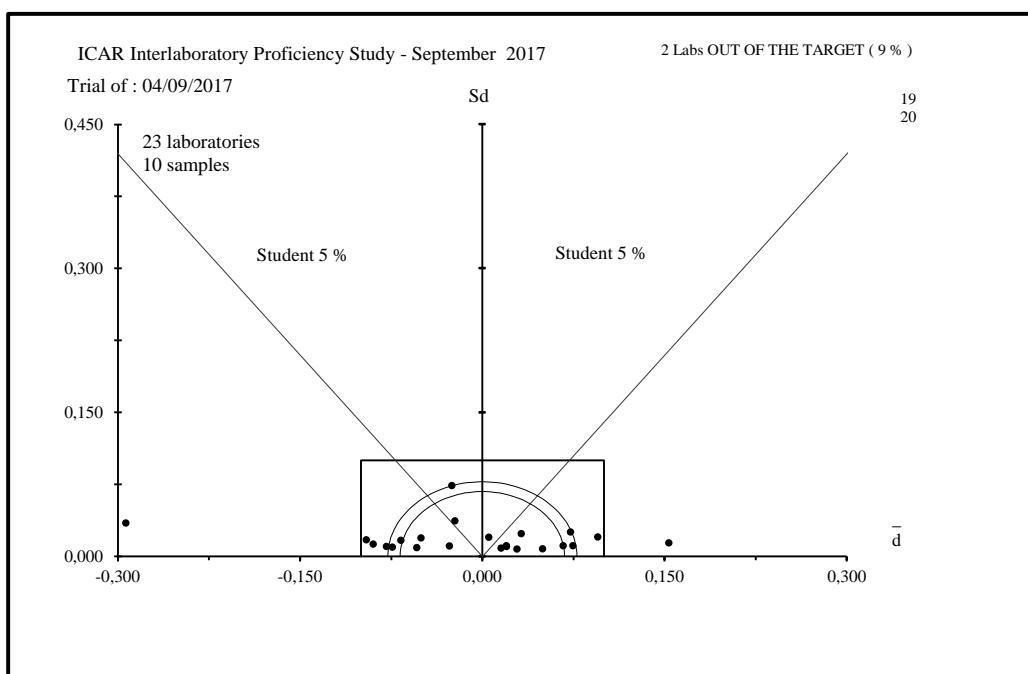


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR

ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
LACTOSE CONTENT ROUTINE METHOD
Sep 17

Name	City	Country
Alip	Sousada	Portugal
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shropshire TF3BD	England
Deltamune	Centurion 0140 Pretoria	South Africa
Eastern Lab services	Medina	USA
Lab pro rozbor mléka Brno	Brno	Czech Republic
Lab pro rozbor mléka Bustehrad	Bustehrad	Czech Republic
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka	Novi Sad	Serbia
Laboratorio Standard Latte	Maccarese	Italy
Laboratorium Oceny Mleka KCHZ Parzniewie	Pruszkow	Poland
Merieux NutriScience J Bay	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa	Cape Town	South Africa
Merieux Nutriscience South Africa (Midrand)	Midrand	South Africa
Milchprüfung Baden-Württemberg e.V.	Kirchheim unter Teck	Germany
Shangai dairy breeding center Co.Ltd	Shanghai	China
SuisseLab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock Research Institute	Taiwan	Taiwan
Teagasc Food research Center	Moorepark, Fermoy, Co. Cork	IR
University of Zagreb Dept. Od dairy Science	Zagreb	Croatia
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Seinajoki	Finland
Vetlab Agricultural Showgroups	Lusaka	Zambia



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

September 2017

Raw Milk

Determination of UREA CONTENT

Routine method

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)	
Contact :	Gavin Scott	gavin@milktest.co.nz
ICAR Staff	Silvia Orlandini	pt@icar.org silvia@icar.org



Table I : Ranking of the laboratories Units : mg / 100 g

Nb	%	N°	d	Sd	D
1	4	22	+ 0,53	1,01	1,14
2	8	23	+ 0,70	1,39	1,55
3	12	21	- 1,38	0,85	1,62
4	16	7	+ 0,89	1,40	1,66
5	20	24	- 1,54	0,67	1,68
6	24	4	- 1,49	0,92	1,75
7	28	9	- 1,82	1,49	2,35
8	32	20	- 1,41	1,95	2,41
9	36	11	- 2,35	0,68	2,44
10	40	6	- 2,00	1,61	2,56
11	44	17	- 1,35	2,47	2,82
12	48	8	- 3,03	0,73	3,12
13	52	25	- 1,06	3,06	3,24
14	56	18	+ 3,17	0,90	3,30
15	60	15	+ 2,99	1,77	3,48
16	64	3	- 3,73	1,00	3,87
17	68	16	+ 4,05	1,29	4,25
18	72	1	+ 4,22	2,70	5,01
19	76	19	+ 5,15	2,35	5,66
20	80	2	- 6,23	0,55	6,26
21	84	10	+ 5,84	2,57	6,38
22	88	13	+ 7,49	1,86	7,72
23	92	5	- 7,88	1,68	8,06
24	96	14	+ 8,51	3,33	9,14
25	100	12	- 10,44	2,75	10,79

The table should be studied in parallel with figure 1 where the laboratories are located according to an acceptability area (or target) the limits of which are :

+/- 2,50 mg / 100 g for \bar{d} and 1,50 mg / 100 g for Sd

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 25 sets of results send by 25 laboratories using routine method ISO 9622 | IDF 141, after outlier discarding using Grubbs test at 5 % risk level

(NC : OUT of RANKING because of insufficient data number)

(Nb : laboratory rank; % : relative rank)

(N° : laboratory identification number)

(d et Sd : mean and standard deviation of the differences (laboratory -reference))

(D : Euclidian distance to YX-axis origin = SQUARE ROOT.(d² + Sd²))

Note : Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation.

Repeatability standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran elimination at 5 %)

Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)

S_{r_{PT}} 0,88

S_{R_{PT}} 4,87

Table II : REPEATABILITY - Absolute difference between replicates in mg / 100 g

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Sr	NL
1	0,72	0,96	0,24	0,72	0,48	0,72	0,48	1,20	0,00	0,24	0,47	20
2	0,00	1,00	1,00	0,00	1,00	1,00	0,00	1,00	0,00	1,00	0,55	20
3	2,06	0,00	2,06	0,00	1,03	0,00	1,03	3,09	1,03	4,12 *	1,38	20
4	0,47	1,39	0,36	2,46	0,78	0,42	1,08	4,20 *	1,26	1,20	1,24	20
5	1,50	2,80	3,20	0,30	0,40	3,30	2,90	0,50	1,10	1,00	1,46	20
6	1,3	1,6	0,5	1,4	1,1	1,5	0,5	0,7	0,8	0,7	0,768	20
7	2,00	1,00	0,00	0,00	0,90	0,00	0,90	0,00	2,90	0,00	0,87	20
8	2,00	0,00	0,00	0,00	2,00	2,00	2,00	0,00	0,00	0,00	0,78	20
9	1,20	2,80	0,80	0,80	0,00	0,80	0,50	0,10	1,60	0,90	0,86	20
10	0,70	1,10	1,10	0,30	0,70	0,00	1,10	0,90	2,00	0,10	0,69	20
11	0,80	1,80	2,10	0,50	1,10	0,10	1,50	0,30	0,80	0,90	0,82	20
12	0,30	0,10	0,80	0,70	2,00	1,00	1,00	1,00	1,30	0,10	0,71	20
13	0,24	0,48	2,16	0,24	0,00	0,48	0,00	0,24	0,96	0,72	0,58	20
14	0,96	0,96	0,72	2,16	2,16	1,20	1,44	1,68	2,64	1,92	1,20	20
15	5,03 *	0,83	0,21	0,21	1,04	0,20	6,88 *	0,42	2,71	3,75	2,19	20
16	0,50	0,30	0,00	0,30	0,50	0,10	0,30	1,50	1,40	0,50	0,51	20
17	0,20	1,10	1,20	0,00	0,50	0,50	0,50	0,20	0,10	0,70	0,45	20
18	1,34	0,62	1,75	2,16	1,13	2,06	2,88	0,41	0,72	1,65	1,17	20
19	0,48	1,20	0,72	1,68	1,92	1,20	0,24	0,48	0,96	0,24	0,76	20
20	0,60	1,80	2,40	0,60	0,00	2,40	0,60	1,80	1,20	0,60	1,02	20
21	0,70	1,30	1,10	1,10	0,70	0,90	0,60	2,20	0,60	0,60	0,77	20
22	1,20	3,10	0,10	1,60	0,10	3,10	3,10	0,60	1,60	0,60	1,34	20
23	2,06	0,00	1,03	0,00	0,00	0,00	2,06	1,03	1,03	1,03	0,80	20
24	0,00	1,90	1,90	0,00	0,00	1,90	1,90	1,00	2,90	0,00	1,09	20
25	1,50	0,90	0,70	0,40	0,20	1,00	0,70	0,50	0,90	0,50	0,57	20
Sr	1,07	1,01	0,95	0,73	0,67	0,99	1,40	0,99	1,05	0,97		500
NE	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50		
L	3,30	4,15	3,89	2,99	2,74	4,04	4,15	3,27	4,29	2,36		

Sr : repeatability standard deviation of each laboratory limit 0,54 mg/100g

NL : number of measurements per laboratory

L : Limit for difference between duplicates according Cochran test at 5% level.

SE : repeatability standard deviation per sample

NE : number of measurements per sample

*: discarded data using the test of Cochran at 5 %

**: missing data

r : limit of repeatability, absolute difference between two replicates=1,50 according ISO 14637|IDF 195

Table III : Means of the replicates in mg / 100 g

(*) : Data were to modify in right units.

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(*)	1	53,64	31,92	36,36	57,48	43,92	63,96	25,44	70,68	24,48
	2	41,00	23,50	27,50	46,00	33,50	50,50	20,00	56,50	16,00
	3	44,29	24,72	28,84	48,41	36,57	53,56	20,09	60,26	19,06
	4	46,57	28,43	32,17	50,99	38,45	54,71	25,39	59,72	21,76
	5	40,95	20,70	25,80	45,65	30,60	49,15	15,05	57,05	13,35
	6	46,75	27,00	31,25	50,80	36,85	56,45	21,65	62,75	18,80
	7	50,50	29,60	34,00	52,40	41,25	58,30	24,75	65,00	21,85
	8	45,00	27,00	31,00	48,00	37,00	53,00	22,00	58,00	21,00
(*)	9	46,60	30,20	33,40	50,40	37,30	53,30	23,15	61,15	19,60
	10	53,35	37,75	41,45	56,45	44,45	60,10	33,95	63,25	32,10
	11	44,40	27,10	30,45	49,25	37,55	55,45	24,15	60,15	20,70
	12	38,65	17,95	23,90	44,35	29,70	49,00	11,90	54,70	7,95 *
(*)	13	52,92	35,28	40,68	60,12	48,48	66,24	30,96	73,32	29,52
	14	57,36	34,32	39,48	63,24	47,64	68,52	30,96	75,72	27,24
(*)	15	46,62	32,06	35,08	55,69	44,45	60,89	30,09	66,62	24,88
	16	52,15	31,45	36,90	57,45	42,85	60,65	29,85	67,05	25,90
(*)	17	45,20	30,15	33,40	48,50	38,35	52,65	27,35	57,00	25,35
	18	50,62	33,06	37,54	54,02	42,49	58,81	29,25	64,48	28,17
	19	53,52	32,28	37,32	58,68	46,08	64,68	27,96	70,56	24,96
	20	45,30	29,10	34,20	48,30	38,40	52,80	27,30	58,50	23,40
	21	46,35	27,65	31,55	49,15	38,85	53,95	24,30	62,10	22,40
	22	46,90	28,25	34,75	52,30	42,25	57,25	26,75	62,30	23,30
	23	48,41	27,81	33,48	53,56	39,14	57,68	24,72	64,38	25,24
(*)	24	45,60	29,15	32,05	50,50	38,80	54,35	24,25	59,70	21,85
	25	44,65	31,55	34,95	48,50	39,10	51,90	27,85	56,75	25,95
	M	47,49	29,12	33,50	52,01	39,76	56,71	25,16	62,71	23,20
REF.										
SD										

M = mean per sample

REF. = reference values

SD = standard deviation per sample

*: discarded data using the test of Grubbs 5 %

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528,
of 25 laboratories using the Routine method ISO 9622 | IDF 141, after discard outliers with Grubbs test at 5 %.

Table IV : Outlier identification

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Outliers Cochran	15						15	4	3	
Outlier Grubbs									12	
sr	0,81	1,01	0,95	0,73	0,67	0,99	1,02	0,81	1,05	0,58
SR	4,66	4,44	4,36	4,87	4,74	5,30	5,03	5,62	4,27	5,27

Table V : ACCURACY - differences (laboratory - reference) in mg / 100 g

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	+ 6,19	+ 2,57	+ 2,76	+ 5,65	+ 4,03	+ 7,46	- 0,09	+ 8,28	+ 1,19	+ 4,12	+ 4,22	2,70	4,94
2	- 6,45	- 5,85	- 6,10	- 5,83	- 6,39	- 6,00	- 5,53	- 5,90	- 7,29	- 6,98	- 6,23	0,55	35,65
3	- 3,16	- 4,63	- 4,76	- 3,42	- 3,32	- 2,94	- 5,44	- 2,15	- 4,24	- 3,28	- 3,73	1,00	11,82
4	- 0,87	- 0,92	- 1,43	- 0,84	- 1,44	- 1,79	- 0,14	- 2,68	- 1,54	- 3,25	- 1,49	0,92	5,14
5	- 6,50	- 8,65	- 7,80	- 6,18	- 9,29	- 7,35	- 10,48	- 5,35	- 9,94	- 7,28	- 7,88	1,68	14,83
6	- 0,70	- 2,35	- 2,35	- 1,03	- 3,04	- 0,05	- 3,88	+ 0,35	- 4,49	- 2,43	- 2,00	1,61	3,93
7	+ 3,05	+ 0,25	+ 0,40	+ 0,57	+ 1,36	+ 1,80	- 0,78	+ 2,60	- 1,44	+ 1,12	+ 0,89	1,40	2,02
8	- 2,45	- 2,35	- 2,60	- 3,83	- 2,89	- 3,50	- 3,53	- 4,40	- 2,29	- 2,48	- 3,03	0,73	13,08
9	- 0,85	+ 0,85	- 0,20	- 1,43	- 2,59	- 3,20	- 2,38	- 1,25	- 3,69	- 3,43	- 1,82	1,49	3,84
10	+ 5,90	+ 8,40	+ 7,85	+ 4,62	+ 4,56	+ 3,60	+ 8,42	+ 0,85	+ 8,81	+ 5,37	+ 5,84	2,57	7,19
11	- 3,05	- 2,25	- 3,15	- 2,58	- 2,34	- 1,05	- 1,38	- 2,25	- 2,59	- 2,83	- 2,35	0,68	10,96
12	- 8,80	- 11,40	- 9,70	- 7,48	- 10,19	- 7,50	- 13,63	- 7,70	- 15,34	- 12,63	- 10,44	2,75	11,99
13	+ 5,47	+ 5,93	+ 7,08	+ 8,29	+ 8,59	+ 9,74	+ 5,43	+ 10,92	+ 6,23	+ 7,24	+ 7,49	1,86	12,72
14	+ 9,91	+ 4,97	+ 5,88	+ 11,41	+ 7,75	+ 12,02	+ 5,43	+ 13,32	+ 3,95	+ 10,48	+ 8,51	3,33	8,08
15	- 0,83	+ 2,71	+ 1,47	+ 3,86	+ 4,56	+ 4,39	+ 4,56	+ 4,22	+ 1,58	+ 3,40	+ 2,99	1,77	5,33
16	+ 4,70	+ 2,10	+ 3,30	+ 5,62	+ 2,96	+ 4,15	+ 4,32	+ 4,65	+ 2,61	+ 6,07	+ 4,05	1,29	9,91
17	- 2,25	+ 0,80	- 0,20	- 3,33	- 1,54	- 3,85	+ 1,82	- 5,40	+ 2,06	- 1,63	- 1,35	2,47	1,73
18	+ 3,18	+ 3,72	+ 3,94	+ 2,20	+ 2,60	+ 2,31	+ 3,72	+ 2,08	+ 4,88	+ 3,10	+ 3,17	0,90	11,12
19	+ 6,07	+ 2,93	+ 3,72	+ 6,85	+ 6,19	+ 8,18	+ 2,43	+ 8,16	+ 1,67	+ 5,32	+ 5,15	2,35	6,94
20	- 2,15	- 0,25	+ 0,60	- 3,53	- 1,49	- 3,70	+ 1,77	- 3,90	+ 0,11	- 1,58	- 1,41	1,95	2,29
21	- 1,10	- 1,70	- 2,05	- 2,68	- 1,04	- 2,55	- 1,23	- 0,30	- 0,89	- 0,28	- 1,38	0,85	5,17
22	- 0,55	- 1,10	+ 1,15	+ 0,47	+ 2,36	+ 0,75	+ 1,22	- 0,10	+ 0,01	+ 1,12	+ 0,53	1,01	1,68
23	+ 0,96	- 1,54	- 0,13	+ 1,73	- 0,75	+ 1,18	- 0,81	+ 1,97	+ 1,94	+ 2,38	+ 0,70	1,39	1,58
24	- 1,85	- 0,20	- 1,55	- 1,33	- 1,09	- 2,15	- 1,28	- 2,70	- 1,44	- 1,78	- 1,54	0,67	7,28
25	- 2,80	+ 2,20	+ 1,35	- 3,33	- 0,79	- 4,60	+ 2,32	- 5,65	+ 2,66	- 1,93	- 1,06	3,06	1,09
d	+ 0,04	- 0,23	- 0,10	+ 0,18	- 0,12	+ 0,21	- 0,36	+ 0,30	- 0,09	- 0,09	- 0,09	4,81	
Sd	4,53	4,38	4,31	4,84	4,72	5,26	4,98	5,51	4,21	5,12	4,80		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = +/- 2,50 \text{ mg / 100 g}$ Sd = 1,50 mg / 100 g**ISO 14637 | IDF 195 : Precision of the method :**

Sr = 0,54 mg / 100 g

SR = 1,81 mg / 100 g

Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+1,37	+0,59	+0,64	+1,17	+0,86	+1,42	-0,02	+1,50	+0,28	+0,80
2	-1,42	-1,34	-1,42	-1,20	-1,35	-1,14	-1,11	-1,07	-1,73	-1,36
3	-0,70	-1,06	-1,11	-0,71	-0,70	-0,56	-1,09	-0,39	-1,01	-0,64
4	-0,19	-0,21	-0,33	-0,17	-0,31	-0,34	-0,03	-0,49	-0,36	-0,63
5	-1,43	-1,98	-1,81	-1,28	-1,97	-1,40	-2,11	-0,97	-2,36	-1,42
6	-0,15	-0,54	-0,55	-0,21	-0,64	-0,01	-0,78	+0,06	-1,07	-0,48
7	+0,67	+0,06	+0,09	+0,12	+0,29	+0,34	-0,16	+0,47	-0,34	+0,22
8	-0,54	-0,54	-0,60	-0,79	-0,61	-0,67	-0,71	-0,80	-0,55	-0,49
9	-0,19	+0,19	-0,05	-0,30	-0,55	-0,61	-0,48	-0,23	-0,88	-0,67
10	+1,30	+1,92	+1,82	+0,96	+0,97	+0,68	+1,69	+0,15	+2,09	+1,05
11	-0,67	-0,51	-0,73	-0,53	-0,49	-0,20	-0,28	-0,41	-0,62	-0,55
12	-1,94	-2,60	-2,25	-1,55	-2,16	-1,43	-2,74	-1,40	-3,65	-2,47
13	+1,21	+1,36	+1,64	+1,71	+1,82	+1,85	+1,09	+1,98	+1,48	+1,41
14	+2,19	+1,14	+1,36	+2,36	+1,64	+2,29	+1,09	+2,42	+0,94	+2,05
15	-0,18	+0,62	+0,34	+0,80	+0,97	+0,83	+0,92	+0,77	+0,38	+0,66
16	+1,04	+0,48	+0,77	+1,16	+0,63	+0,79	+0,87	+0,84	+0,62	+1,18
17	-0,50	+0,18	-0,05	-0,69	-0,33	-0,73	+0,37	-0,98	+0,49	-0,32
18	+0,70	+0,85	+0,91	+0,45	+0,55	+0,44	+0,75	+0,38	+1,16	+0,61
19	+1,34	+0,67	+0,86	+1,42	+1,31	+1,56	+0,49	+1,48	+0,40	+1,04
20	-0,47	-0,06	+0,14	-0,73	-0,31	-0,70	+0,36	-0,71	+0,03	-0,31
21	-0,24	-0,39	-0,48	-0,55	-0,22	-0,49	-0,25	-0,05	-0,21	-0,06
22	-0,12	-0,25	+0,27	+0,10	+0,50	+0,14	+0,25	-0,02	+0,00	+0,22
23	+0,21	-0,35	-0,03	+0,36	-0,16	+0,22	-0,16	+0,36	+0,46	+0,47
24	-0,41	-0,05	-0,36	-0,27	-0,23	-0,41	-0,26	-0,49	-0,34	-0,35
25	-0,62	+0,50	+0,31	-0,69	-0,17	-0,88	+0,47	-1,03	+0,63	-0,38

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 2 : Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the PT standard deviation

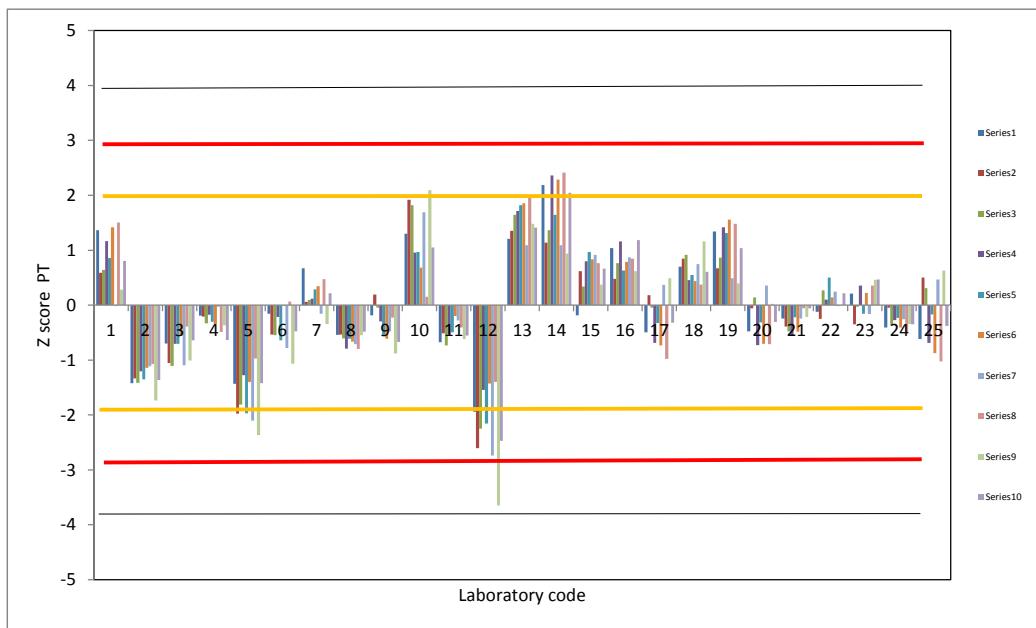


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

Sample Labo code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+3,42	+1,42	+1,52	+3,12	+2,23	+4,12	-0,05	+4,57	+0,66	+2,27
2	-3,56	-3,23	-3,37	-3,22	-3,53	-3,32	-3,05	-3,26	-4,03	-3,86
3	-1,74	-2,56	-2,63	-1,89	-1,83	-1,63	-3,01	-1,19	-2,34	-1,81
4	-0,48	-0,51	-0,79	-0,46	-0,80	-0,99	-0,08	-1,48	-0,85	-1,79
5	-3,59	-4,78	-4,31	-3,41	-5,13	-4,06	-5,79	-2,96	-5,49	-4,02
6	-0,39	-1,30	-1,30	-0,57	-1,68	-0,03	-2,14	+0,19	-2,48	-1,34
7	+1,69	+0,14	+0,22	+0,32	+0,75	+0,99	-0,43	+1,44	-0,80	+0,62
8	-1,35	-1,30	-1,44	-2,11	-1,59	-1,93	-1,95	-2,43	-1,27	-1,37
9	-0,47	+0,47	-0,11	-0,79	-1,43	-1,77	-1,31	-0,69	-2,04	-1,90
10	+3,26	+4,64	+4,34	+2,55	+2,52	+1,99	+4,65	+0,47	+4,87	+2,96
11	-1,68	-1,24	-1,74	-1,42	-1,29	-0,58	-0,76	-1,24	-1,43	-1,57
12	-4,86	-6,30	-5,36	-4,13	-5,63	-4,14	-7,53	-4,26	-8,48	-6,98
13	+3,02	+3,28	+3,91	+4,58	+4,75	+5,38	+3,00	+6,03	+3,44	+4,00
14	+5,48	+2,75	+3,25	+6,31	+4,28	+6,64	+3,00	+7,36	+2,18	+5,79
15	-0,46	+1,50	+0,81	+2,13	+2,52	+2,42	+2,52	+2,33	+0,87	+1,88
16	+2,60	+1,16	+1,82	+3,11	+1,64	+2,29	+2,39	+2,57	+1,44	+3,39
17	-1,24	+0,44	-0,11	-1,84	-0,85	-2,13	+1,01	-2,98	+1,14	-0,90
18	+1,76	+2,05	+2,18	+1,21	+1,44	+1,28	+2,06	+1,15	+2,69	+1,71
19	+3,35	+1,62	+2,05	+3,79	+3,42	+4,52	+1,34	+4,51	+0,92	+2,94
20	-1,19	-0,14	+0,33	-1,95	-0,82	-2,04	+0,98	-2,16	+0,06	-0,88
21	-0,61	-0,94	-1,13	-1,48	-0,57	-1,41	-0,68	-0,17	-0,49	-0,16
22	-0,30	-0,61	+0,63	+0,26	+1,31	+0,41	+0,68	-0,06	+0,00	+0,62
23	+0,53	-0,85	-0,07	+0,96	-0,41	+0,65	-0,45	+1,09	+1,07	+1,32
24	-1,02	-0,11	-0,86	-0,73	-0,60	-1,19	-0,71	-1,49	-0,80	-0,99
25	-1,55	+1,22	+0,74	-1,84	-0,43	-2,54	+1,28	-3,12	+1,47	-1,07

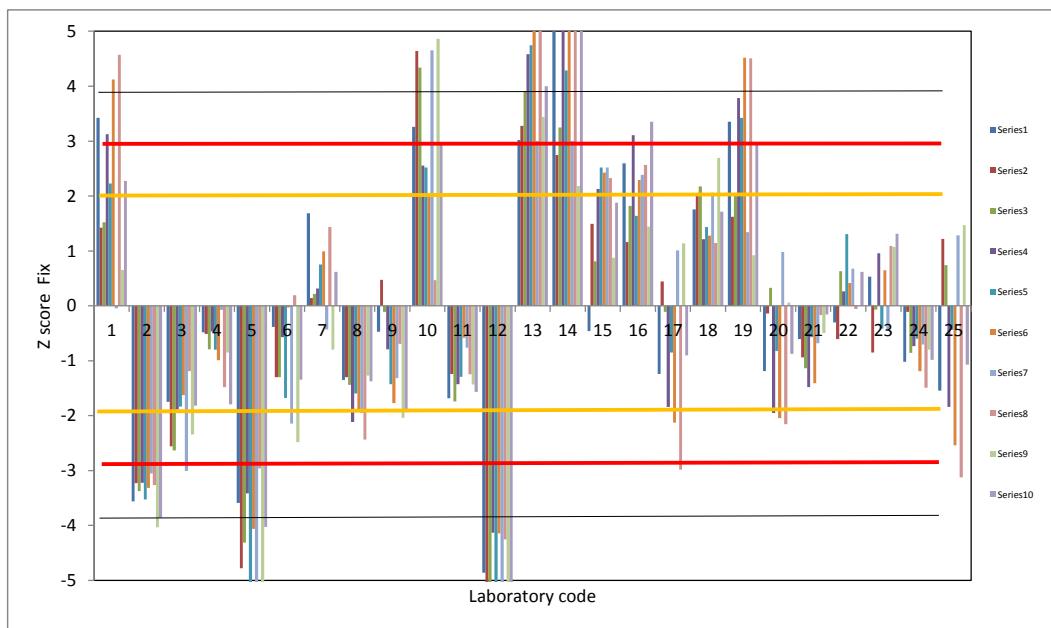
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=1,81

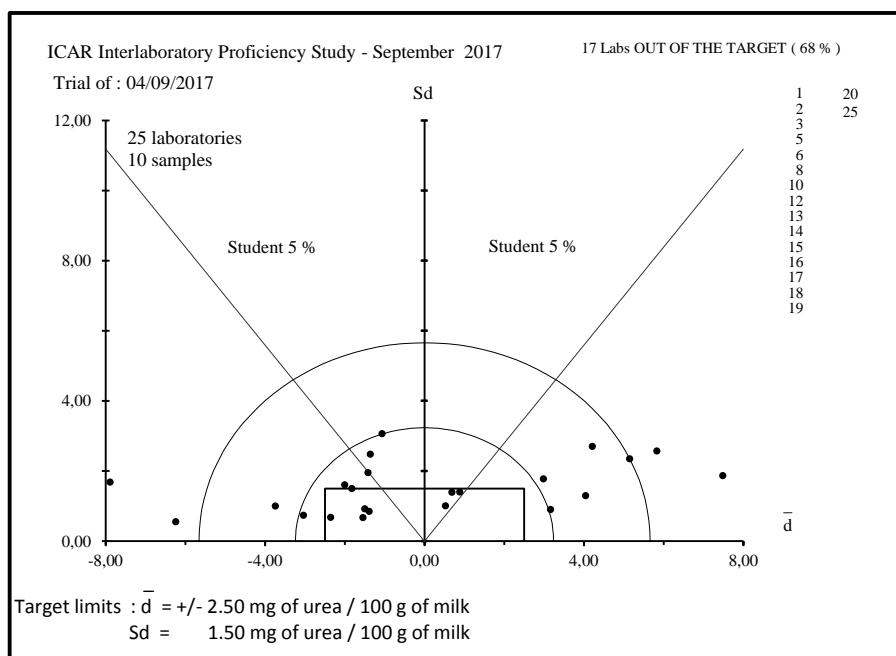
In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 3 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method



**Figure 1 :** ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST

RAW MILK
Urea Routine method
Sep 17

Name	City	Country
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shrop	England
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shrop	England
Comité du Lait ASBL	Battice	Belgium
Croatian Central Laboratory for Milk Quality Control	Krizevci	Croatia
Dairy Cattle Research Center of Shandong Academy of Agr. Sciences	Shandong	China
Deltamune	Centurion	Pr South Africa
Eastern Lab services	Medina	USA
Eurofins Steins Laboratory A/B	Jönköping	Sweden
Eurofins Steins Laboratory A/S	Vejen	Denmark
Laborator pro rozbor mléka Brno,	Brno	Czech Republic
Laborator pro rozbor mléka Bustehrad,	Bustehrad	Czech Republic
Laboratorijski Poljoprivredni fakultet Novi Sad	Novi Sad	Serbia
Laboratorium Oceny Mleka KCHZ Parzniewie	Pruszkow	Poland
Mérieux NutriScience J Bay	Cape Town	South Africa
Mérieux Nutriscience South Africa	Cape Town	South Africa
Mérieux Nutriscience South Africa (Midrand)	Midrand	South Africa
Milchprüfung Baden-Württemberg e.V.	Kirchheim unt Germany	
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	Finland
Shanghai dairy breeding center Co.Ltd	Shanghai	China
SuisseLab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock Research Institute	Taiwan	Taiwan
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Seinajoki	Finland



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

September 2017

Raw Milk

BHB Beta-HydroxyButyrate

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
Contact :	Gavin Scott Silvia Orlandini
ICAR Staff	gavin@milktest.co.nz pt@icar.org silvia@icar.org

[Redacted]

Table I : Ranking of the laboratoriesUnits : milimole of BHB / liter of milk

Nb	%	Nº	d	Sd	D	Method
1	5	9	- 0,014	0,006	0,016	A
2	11	14	- 0,016	0,007	0,017	A
3	16	4	+ 0,017	0,006	0,018	A
4	21	2	+ 0,018	0,012	0,021	A
5	26	19	- 0,031	0,003	0,031	A
6	32	10	+ 0,022	0,032	0,039	A
7	37	5	- 0,038	0,014	0,040	A
8	42	6	- 0,040	0,008	0,040	A
9	47	16	- 0,044	0,010	0,045	A
10	53	11	+ 0,031	0,033	0,045	A
11	58	13	+ 0,048	0,030	0,057	A
12	63	8	- 0,056	0,016	0,059	A
13	68	12	- 0,060	0,006	0,061	A
14	74	3	- 0,064	0,014	0,065	A
15	79	7	- 0,059	0,045	0,075	A
16	84	1	+ 0,064	0,038	0,075	A
17	89	17	+ 0,064	0,038	0,075	A
18	95	18	+ 0,095	0,025	0,099	B
19	100	15	+ 0,107	0,014	0,108	A

The table should be studied in parallel with figure 1 where the laboratories are located according to an acceptability area (or target) the limits of which are :

$$\bar{d} = +/- 0,045 \text{ milimole of BHB / liter of milk}$$

$$Sd = 0,045 \text{ milimole of BHB / liter of milk}$$

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 19 set of results send by 19 laboratories discarding using Grubbs test at 5 % risk level

A I.R.

B Chemical method

(NC : OUT of RANKING because of insufficient data number)

(Nb : laboratory rank; % : relative rank)

(Nº : laboratory identification number)

(d et Sd : mean and standard deviation of the differences (laboratory -reference))

(D : Euclidian distance to YX-axis origin = SQUARE ROOT.(d² + Sd²))

Repeatability standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran elimination at 5 %)

S_r_{PT} 0,010

Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)

S_R_{PT} 0,060

Note : Limits are only indicative and so far do not constitute standard values; they indicate what is normally reachable by labs for their self evaluation.

Table II : REPEATABILITY - Absolute difference between replicates in milimole of BHB / liter of milk

Sample Lab Code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Sr	NL
1	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,020	0,010	0,000	0,020	0,008	20
2	0,010	0,020	0,040	0,020	0,020	0,000	0,030	0,010	0,020	0,030	0,016	20
3	0,000	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,007	20
4	0,030	0,020	0,020	0,020	0,020	0,040	0,030	0,020	0,020	0,010	0,017	20
5	0,030	0,020	0,010	0,020	0,010	0,010	**	0,020	0,010	0,000	0,012	18
6	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,005	20
7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	20
8	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,005	20
9	0,010	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,007	20
10	0,020	0,030	0,020	0,010	0,020	0,030	0,000	0,020	0,010	0,040	0,016	20
11	**	**	**	**	**	**	**	**	**	**	**	
12	0,000	0,020	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,030	0,010	0,010	0,010	20
13	0,010	0,000	0,020	0,060	0,050	0,020	0,010	0,090	0,020	0,020	0,028	20
14	0,000	0,000	0,010	0,020	0,010	0,040	0,010	0,010	0,010	0,020	0,012	20
15	0,010	0,000	0,000	0,020	0,020	0,010	0,020	0,030	0,010	0,010	0,011	20
16	0,010	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,007	20
17	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,020	0,010	0,000	0,020	0,008	20
18	0,000	0,003	0,003	0,000	0,000	0,000	0,003	0,000	0,004	0,000	0,001	20
19	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,020	0,010	0,010	0,010	0,008	20
Sr	0,010	0,011	0,012	0,015	0,013	0,014	0,010	0,020	0,009	0,013		258
NE	26	26	26	26	26	26	24	26	26	26		
L	0,034	0,037	0,044	0,033	0,034	0,048	0,040	0,042	0,030	0,044		

Sr : repeatability standard deviation of each laboratory limit 0,011 milimole of BHB / liter of milk

NL : number of measurements per laboratory

L : Limit for difference between duplicates according Cochran test at 5% level.

SE : repeatability standard deviation per sample

NE : number of measurements per sample

*: discarded data using the test of Cochran at 5 %

**: missing data

r : limit of repeatability, absolute difference between two replicates=0,030 milimole of BHB / liter of milk

Table III : Means of the replicates in milimole of BHB / liter of milk

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0,150	0,165	0,175	0,195	0,175	0,180	0,160	0,195	0,170	0,190
2	0,035	0,080	0,110	0,220	0,130	0,150	0,055	0,215	0,120	0,175
3	0,000	0,005	0,020	0,110	0,045	0,075	0,000	0,115	0,025	0,080
4	0,045	0,090	0,090	0,210	0,140	0,160	0,065	0,190	0,120	0,175
5	0,015	0,040	0,045	0,150	0,085	0,115	0,020	0,120	0,035	0,110
6	0,000	0,025	0,050	0,150	0,075	0,085	0,020	0,135	0,050	0,125
7	0,040	0,050	0,050	0,060	0,050	0,060	0,040	0,060	0,050	0,060
8	0,000	0,020	0,030	0,115	0,065	0,075	0,010	0,085	0,055	0,095
9	0,015	0,055	0,070	0,170	0,115	0,125	0,030	0,165	0,085	0,140
10	0,010	0,065	0,080	0,275	0,130	0,165	0,060	0,220	0,115	0,210
11	0,030	0,070	0,090	0,280	0,130	0,170	0,060	0,250	0,130	0,210
12	-0,030	0,010	0,015	0,145	0,055	0,075	-0,005	0,115	0,045	0,085
13	0,055	0,090	0,110	0,300	0,175	0,200	0,065	0,255	0,140	0,200
14	0,030	0,050	0,075	0,170	0,095	0,120	0,045	0,155	0,085	0,130
15	0,155	0,180	0,190	0,280	0,220	0,245	0,190	0,275	0,205	0,245
16	0,005	0,015	0,040	0,160	0,085	0,085	0,010	0,115	0,050	0,110
17	0,150	0,165	0,175	0,195	0,175	0,180	0,160	0,195	0,170	0,190
18	0,089	0,142	0,168	0,322	0,218	0,247	0,119	0,297	0,195	0,269
19	0,005	0,035	0,055	0,160	0,085	0,105	0,020	0,145	0,075	0,115
M	0,042	0,071	0,086	0,193	0,118	0,138	0,059	0,174	0,101	0,153
REF.	0,034	0,069	0,086	0,193	0,117	0,136	0,052	0,173	0,100	0,152
SD	0,055	0,055	0,055	0,071	0,054	0,057	0,058	0,067	0,056	0,059

M = mean per sample

REF. = reference values

SD = standard deviation per sample

*: discarded data using the test of Grubbs at 5 %

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 19 laboratories , after outliers discarding using Grubbs test at 5 % risk level.

Table IV : Outlier identification

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Outliers Cochran										
Outlier Grubbs										
sr	0,009	0,009	0,011	0,009	0,009	0,012	0,010	0,011	0,008	0,011
SR	0,057	0,057	0,057	0,066	0,056	0,059	0,061	0,065	0,058	0,060

Table V :**ACCURACY - differences (laboratory - reference) in milimole of BHB / liter of milk**

Sample lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	+ 0,116	+ 0,096	+ 0,089	+ 0,002	+ 0,058	+ 0,044	+ 0,108	+ 0,022	+ 0,070	+ 0,038	+ 0,064	0,038	5,33
2	+ 0,001	+ 0,011	+ 0,024	+ 0,027	+ 0,013	+ 0,014	+ 0,003	+ 0,042	+ 0,020	+ 0,023	+ 0,018	0,012	4,66
3	- 0,034	- 0,064	- 0,066	- 0,083	- 0,072	- 0,061	- 0,052	- 0,058	- 0,075	- 0,072	- 0,064	0,014	14,59
4	+ 0,011	+ 0,021	+ 0,004	+ 0,017	+ 0,023	+ 0,024	+ 0,013	+ 0,017	+ 0,020	+ 0,023	+ 0,017	0,006	8,64
5	- 0,019	- 0,029	- 0,041	- 0,043	- 0,032	- 0,021	- 0,032	- 0,053	- 0,065	- 0,042	- 0,038	0,014	8,30
6	- 0,034	- 0,044	- 0,036	- 0,043	- 0,042	- 0,051	- 0,032	- 0,038	- 0,050	- 0,027	- 0,040	0,008	16,43
7	+ 0,006	- 0,019	- 0,036	- 0,133	- 0,067	- 0,076	- 0,012	- 0,113	- 0,050	- 0,092	- 0,059	0,045	4,12
8	- 0,034	- 0,049	- 0,056	- 0,078	- 0,052	- 0,061	- 0,042	- 0,088	- 0,045	- 0,057	- 0,056	0,016	10,86
9	- 0,019	- 0,014	- 0,016	- 0,023	- 0,002	- 0,011	- 0,022	- 0,008	- 0,015	- 0,012	- 0,014	0,006	6,92
10	- 0,024	- 0,004	- 0,006	+ 0,082	+ 0,013	+ 0,029	+ 0,008	+ 0,047	+ 0,015	+ 0,058	+ 0,022	0,032	2,13
11	- 0,004	+ 0,001	+ 0,004	+ 0,087	+ 0,013	+ 0,034	+ 0,008	+ 0,077	+ 0,030	+ 0,058	+ 0,031	0,033	2,98
12	- 0,064	- 0,059	- 0,071	- 0,048	- 0,062	- 0,061	- 0,057	- 0,058	- 0,055	- 0,067	- 0,060	0,006	30,38
13	+ 0,021	+ 0,021	+ 0,024	+ 0,107	+ 0,058	+ 0,064	+ 0,013	+ 0,082	+ 0,040	+ 0,048	+ 0,048	0,030	4,98
14	- 0,004	- 0,019	- 0,011	- 0,023	- 0,022	- 0,016	- 0,007	- 0,018	- 0,015	- 0,022	- 0,016	0,007	7,57
15	+ 0,121	+ 0,111	+ 0,104	+ 0,087	+ 0,103	+ 0,109	+ 0,138	+ 0,102	+ 0,105	+ 0,093	+ 0,107	0,014	23,82
16	- 0,029	- 0,054	- 0,046	- 0,033	- 0,032	- 0,051	- 0,042	- 0,058	- 0,050	- 0,042	- 0,044	0,010	13,98
17	+ 0,116	+ 0,096	+ 0,089	+ 0,002	+ 0,058	+ 0,044	+ 0,108	+ 0,022	+ 0,070	+ 0,038	+ 0,064	0,038	5,33
18	+ 0,055	+ 0,073	+ 0,082	+ 0,129	+ 0,101	+ 0,111	+ 0,066	+ 0,124	+ 0,095	+ 0,117	+ 0,095	0,025	11,83
19	- 0,029	- 0,034	- 0,031	- 0,033	- 0,032	- 0,031	- 0,032	- 0,028	- 0,025	- 0,037	- 0,031	0,003	29,88
d	+ 0,008	+ 0,002	+ 0,001	- 0,000	+ 0,002	+ 0,002	+ 0,007	+ 0,001	+ 0,001	+ 0,001	+ 0,002	0,058	
Sd	0,055	0,055	0,055	0,071	0,054	0,057	0,058	0,067	0,056	0,059	0,059		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = +/- 0,045$ milimole of BHB / liter of milk
Sd = 0,045 milimole of BHB / liter of milk

Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

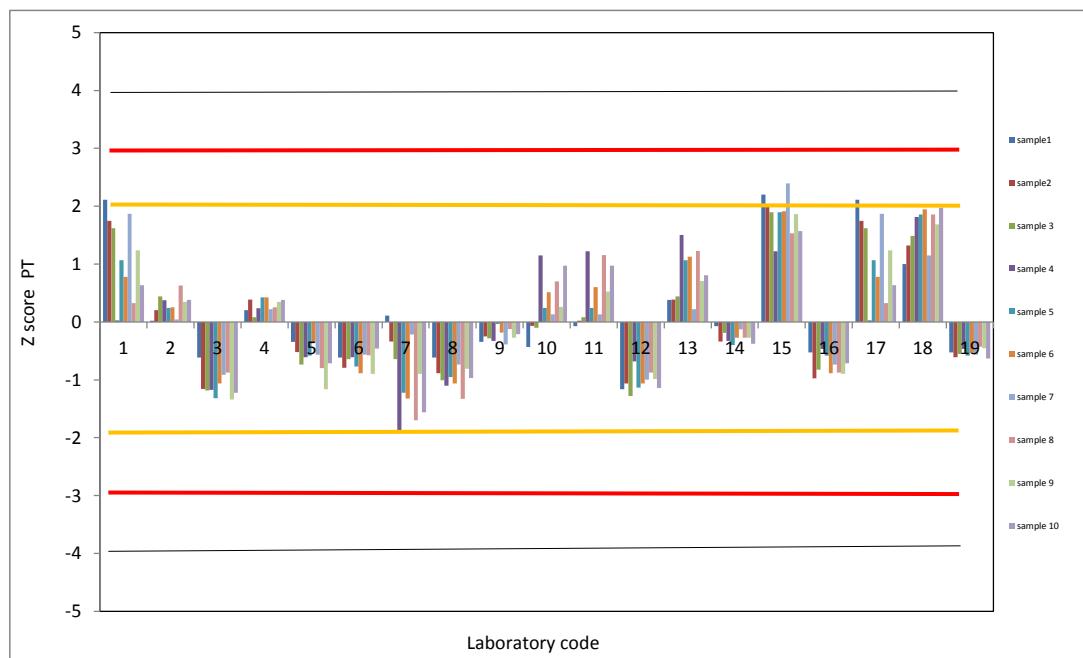
Sample Labo Code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+2,11	+1,75	+1,62	+0,02	+1,07	+0,78	+1,87	+0,33	+1,24	+0,64
2	+0,02	+0,21	+0,44	+0,38	+0,24	+0,25	+0,04	+0,63	+0,35	+0,38
3	-0,62	-1,16	-1,19	-1,17	-1,32	-1,06	-0,91	-0,88	-1,34	-1,22
4	+0,20	+0,39	+0,08	+0,24	+0,43	+0,43	+0,22	+0,25	+0,35	+0,38
5	-0,34	-0,52	-0,73	-0,61	-0,58	-0,36	-0,56	-0,80	-1,16	-0,72
6	-0,62	-0,79	-0,64	-0,61	-0,77	-0,89	-0,56	-0,57	-0,90	-0,46
7	+0,11	-0,34	-0,64	-1,88	-1,23	-1,32	-0,22	-1,70	-0,90	-1,56
8	-0,62	-0,88	-1,01	-1,10	-0,95	-1,06	-0,74	-1,33	-0,81	-0,97
9	-0,34	-0,25	-0,28	-0,33	-0,03	-0,19	-0,39	-0,12	-0,27	-0,21
10	-0,43	-0,07	-0,10	+1,15	+0,24	+0,51	+0,13	+0,70	+0,26	+0,98
11	-0,07	+0,02	+0,08	+1,22	+0,24	+0,60	+0,13	+1,15	+0,53	+0,98
12	-1,16	-1,06	-1,28	-0,68	-1,13	-1,06	-1,00	-0,88	-0,99	-1,14
13	+0,38	+0,39	+0,44	+1,50	+1,07	+1,13	+0,22	+1,23	+0,70	+0,81
14	-0,07	-0,34	-0,19	-0,33	-0,40	-0,27	-0,13	-0,27	-0,27	-0,38
15	+2,20	+2,02	+1,89	+1,22	+1,89	+1,91	+2,39	+1,53	+1,86	+1,57
16	-0,53	-0,97	-0,82	-0,47	-0,58	-0,89	-0,74	-0,88	-0,90	-0,72
17	+2,11	+1,75	+1,62	+0,02	+1,07	+0,78	+1,87	+0,33	+1,24	+0,64
18	+1,00	+1,32	+1,49	+1,81	+1,86	+1,95	+1,15	+1,86	+1,68	+1,97
19	-0,53	-0,61	-0,55	-0,47	-0,58	-0,54	-0,56	-0,42	-0,45	-0,63

In yellow the values bigger or smaller than 2/-2

In red the values bigger or smaller than 3/-3

Figure 2 :

Zscore of the different laboratories for each sample. ZS calculated on the PT standard deviation



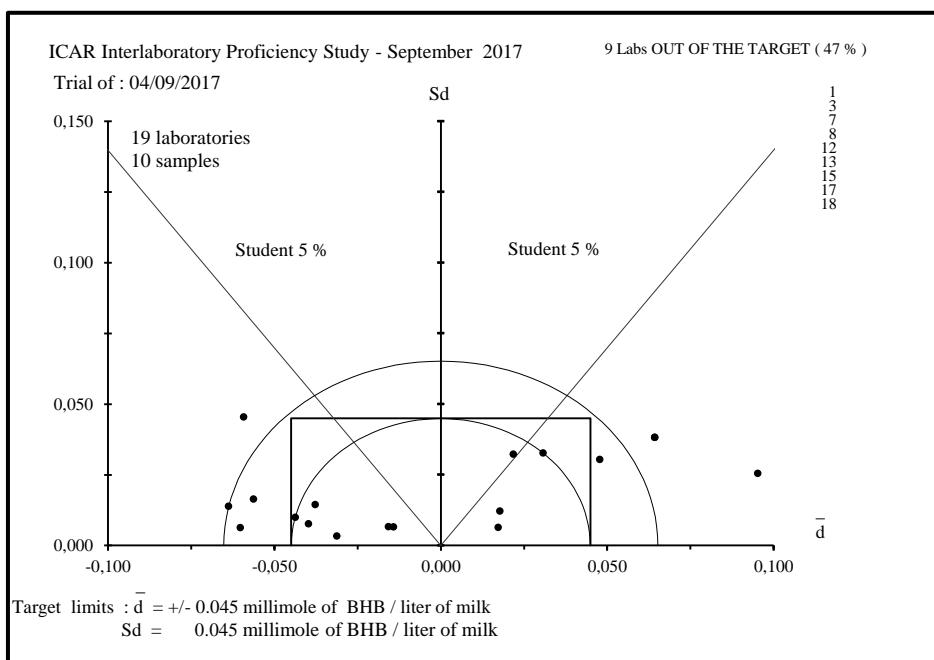


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
 ICAR PROFICIENCY TEST
 RAW MILK
 BHB
 Sep 17

Name	City	Country
Alip	Sousada	Portugal
Can West	Guelph - Onta	Canada
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shrop:	England
Central Milk Testing Lab	Edmonton-	Al Canada
COOPRINSEM	Osorno	Chile
Dairy Cattle Research Center of Shandong A. Agri. Sciences	Shandong	China
Eurofins Steins Laboratory A/B	Jönköping	Sweden
Horizon Lab Ltd	Winnipeg	Canada
Laborator pro rozbor mléka Brno,	Brno	Czech Republic
Laborator pro rozbor mléka Bustehrad,	Bustehrad	Czech Republic
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka, Novi Sad,	Novi Sad	Serbia
LIGAL Edificio de Laboratorio Agrarios	Abegondo	La Spain
LRV-LABORATORIO REGIONAL DE VETERINARIA	Azores	Portugal
Pacific Milk Analysis	Chilliwack-	Bri Canada
Taiwan Livestock Research Institute	Taiwan	Taiwan
Valacta - Centre d'Expertise en Production Laitière du Québec	Quebec	Canada

-----End of report-----



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

SEPTEMBER 2017

Cow Raw Milk

DETECTION of PAG (Pregnancy Associated Glycoproteins)

Sending date of statistical treatment : 9th October 2017

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
Contact :	Gavin Scott gavin@milktest.co.nz
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org

Table I: Methods

Nº	METHOD USED
1	IDEXX
2	IDEXX
3	IDEXX
4	IDEXX
5	IDEXX
6	IDEXX
7	IDEXX
8	IDEXX
9	IDEXX
10	IDEXX

Table II : Laboratory results

Nº	1	2	3	4	5
1	N	Y	Y	Y	N
2	N	Y	Y	Y	N
3	N	Y	Y	Y	N
4	N	Y	Y	Y	N
5	N	Y	Y	Y	N
6	N	Y	Y	Y	N
7	N	Y	Y	Y	N
8	N	Y	Y	Y	N
9	N	Y	Y	Y	N
10	N	Y	Y	Y	N
REF	N	Y	Y	Y	N

Answers : Y = YES; N = NO; to the questions: Presence of PAG (Pregnancy Associated Glycoproteins)

Table III :

SAMPLES	STRAINS	Date
1	Non pregnant	—
2	Pregnant - Artificial insemination	21.02.2017
3	Pregnant - Artificial insemination	29.03.2017
4	Pregnant - Artificial insemination	05.05.2017
5	Non pregnant	—

Table IV : Laboratory accuracy with respect to correct results

N°	1	2	3	4	5	FLR%
1	T	T	T	T	T	100
2	T	T	T	T	T	100
3	T	T	T	T	T	100
4	T	T	T	T	T	100
5	T	T	T	T	T	100
6	T	T	T	T	T	100
7	T	T	T	T	T	100
8	T	T	T	T	T	100
9	T	T	T	T	T	100
10	T	T	T	T	T	100
NSR	10	10	10	10	10	
NS	10	10	10	10	10	
FSR%	100	100	100	100	100	

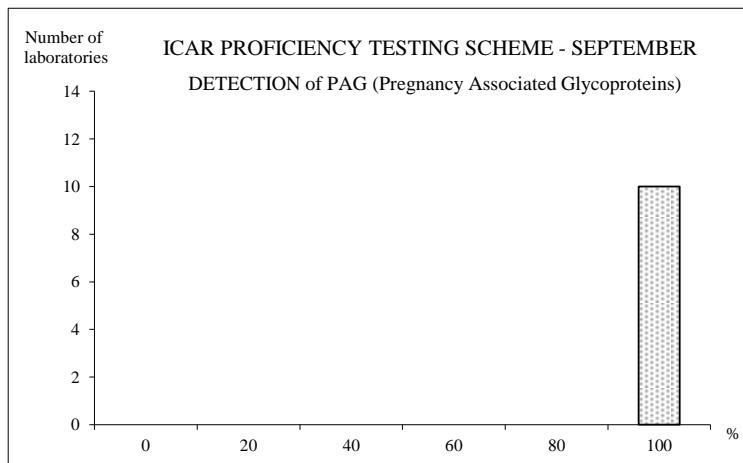
T : True F : False

NSR : number of right answers per sample and criterion

NS : total number of answers per sample and criterion

FSR% : frequency in right answers per sample and criterion

FLR% : relative frequency in right answers per laboratory



Participants List
PAG
Sep 17

Name	City	Country
Can West	Guelph - Ontario	Canada
Cattle Information Service (CIS)	Teiford Shropshire	England
Comité du Lait ASBL	4651 Battice	Belgium
COOPRINSEM	Osorno	Chile
Eurofins Steins Laboratory A/S	DK-6600 Vejen	Denmark
LRV-LABORATORIO REGIONAL DE VETERINARIA	Azores	Portugal
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	Finland
Qlip B.V.,	Zutphen	NL
Valacta - Centre d'Expertise en Production Laitière du Québec	Quebec	Canada
Valio Oy/Seinajoen aluelaboratorio	Seinajoki	Finland