



THE GLOBAL STANDARD
FOR LIVESTOCK DATA

Network. Guidelines. Certification.

ICAR PROFICIENCY TEST - SEPTEMBER 2019

Raw cow milk “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

“Routine” Methods



Table of contents

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



1. Introduction

Dear Participant,

Thank you for participating in the ICAR Proficiency Test (PT) September 2019 !

This is the eight round that ICAR organized since 2016 !!!

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 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, 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 F 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 Cochran and/or Grubbs 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 "reference" method indicated. If one or more results have a result out of the limit, the cell is in red. It may be that you have deployed a

chemical method that is different from the reference method indicated. 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 reference method) are summarized. If you have obtained all the $-2 < \text{Z-Score results} < +2$ 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.

The sample preparation and statistical elaboration have been done by ICAR Sub- contractor Actalia, accredited 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 2019 with at least one parameter is reported below and upload on ICAR website (available [here](#))

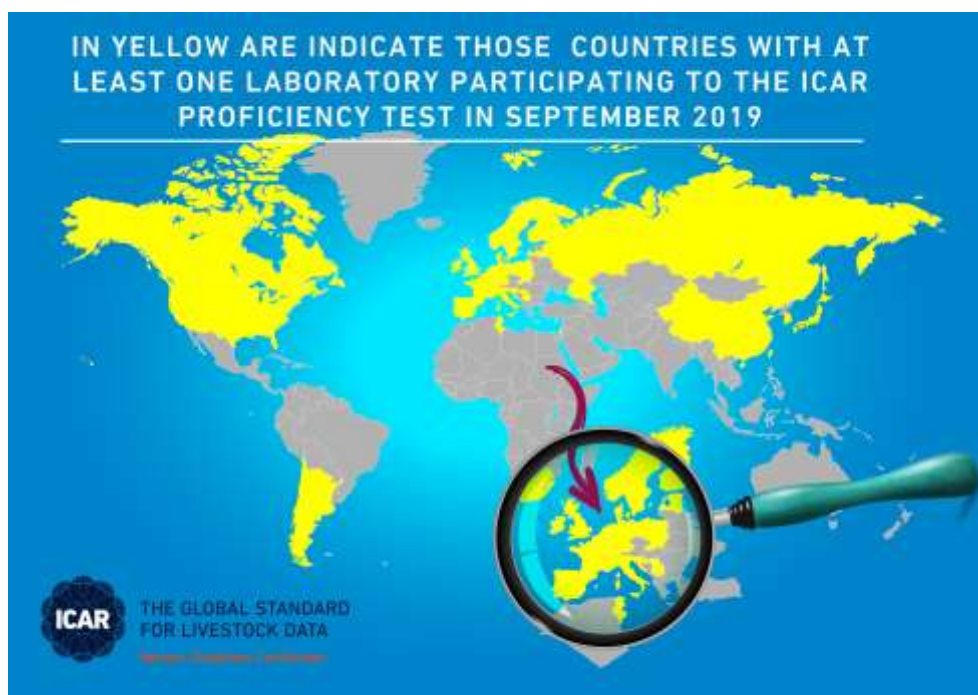


Table 1. Participating milk laboratories to the ICAR Proficiency Test (September 2019)

Country	Laboratory
Argentina	INTI (Instituto Nacional de Tecnología Industrial)
Belgium	Laboratory of milk analysis of the Valorisation of Agricultural Products, Department of Agricultural products of Walloon Agricultural Research Centre
Canada	Horizon Lab Ltd
Canada	Lactanet Canada - Centre d'Expertise en Production Laitière du Québec
Chile	COOPRINSEM
Croatia	Croatian Agency for Agriculture and Food, Central Laboratory for Milk Quality Control (Centar za kontrolu kvalitete stočarskih proizvoda)
Cyprus	Epta Laboratories LTD
Czech Republic	Laborator pro rozbor mléka Brno, Ceskomoravská společnost chovatelů a.s.
Czech Republic	MILCOM a.s Dairy Research Institute
Denmark	ChemoMetec A/S
Denmark	DNA Diagnostic
Denmark	Eurofins Steins Laboratorium A/S
Denmark	LVK
Finland	Osuuskunta Satamaito, Laboratorio Kati Järvinen
Finland	Thermo Fisher Scientific
Finland	Valio Ltd, Regional laboratory
France	ACTALIA / ACTILAIT / CECALAIT
France	IDvet Genetics
France	Thermo Fisher Scientific Lab Service International
Germany	Milchprüfing Baden-Württemberg e.V., Zentrallabor Kirchheim
Ireland	Teagasc, Technical Services Laboratory
Israel	Central Milk Laboratory – ICBA
Italy	Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte (LSL-AIA)
Japan	Japan Dairy Technical Association
Lithuania	Pieno Tyrimai, State Laboratory for Milk Control
Norway	Tine Ramelklaboratoriet Heimdal
Poland	Laboratorium Oceny Mleka, Krajowego Centrum Hodowli Zwierząt (KCHZ), Laboratorium Referencyjne z siedzibą w Parzniewie
Russia	Ao Agropfen
Serbia	Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka, Poljoprivredni fakultet Novi Sad
Slovak Republic	Plemenárske služby SR, š.p., Centrálné laboratórium rozboru mlieka (Milk Laboratory, Slovak Agricultural Research Centre)



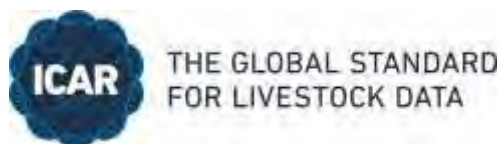
Country	Laboratory
Slovenia	KGZS Zavod Ptuj
Slovenia	University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Zootech. Dept., Laboratory for Dairying
South Africa	Deltamune Pty Ltd.
South Africa	Mérieux NutriSciences South Africa
South Africa	University of Pretoria, Department of Production Animal Studies, Faculty of Veterinary Science
South Korea	Korea Animal Improvement Association
Spain	Ministero de Agricultura, Pesca y Alimentacion Laboratorio Agroalimentario de Santander Cantabria
Sweden	Eurofins Steins Laboratory A/B
Switzerland	Agroscope Institute for food Sciences IFS
Switzerland	Suisselab AG
Taiwan	Council of Agriculture, Executive Yuan, Taiwan Animal Germplasm Center of TLRI
The Netherlands	Qlip B.V.
Tunisia	Office de l'Elevage et des Pâturages, Laboratoire de Contrôle Laitier, Direction de l'Amélioration Génétique
UK	Nationl Milk Laboratory
United Kingdom	CIS
USA	Eastern Laboratory Services
USA	NorthStar Cooperative

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
RT0919

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

A	Your participation Codes						
	Subscription	Fat _{rou}	Protein _{rou}	Lactose _{rou}	Urea _{rou}	BHB	PAG
		Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	No
	Participation Codes	3	3	4	2	2	
	Are all the sample results received?	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	No

B	Data results received on time	
	Yes	13-09-2019

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

D	Ranking of your lab						
		Fat _{rou}	Protein _{rou} *	Lactose _{rou}	Urea _{rou}	BHB	PAG
		g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
	Code	3	3	4	2	2	
	%	3	81	46	25	56	
	d	0.006	0.057	0.042	0.701	2.8	
	Sd	0.005	0.015	0.025	1.556	1.6	
	D	0.008	0.059	0.049	1.707	3.3	
	Method	IR	IR	IR	IR	A	
	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 _{rou}	Protein _{rou} *	Lactose _{rou}	Urea _{rou}	BHB	PAG
		g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
	Sample 1		Cochran				
	Sample 2			Cochran			
	Sample 3						
	Sample 4	Cochran					
	Sample 5						
	Sample 6	Cochran	Cochran				
	Sample 7						
	Sample 8		Cochran				
Sample 9		Cochran	Cochran				
Sample 10							

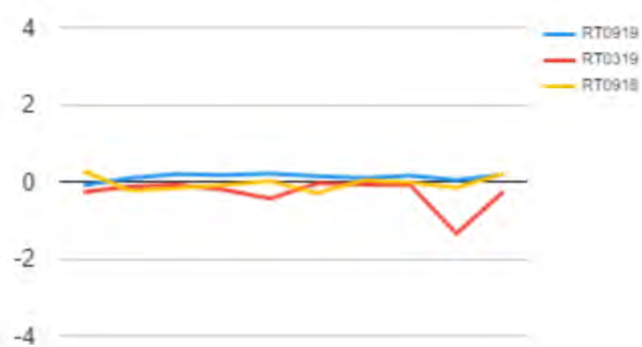
F

Repeatability						
Your "r" performance						
	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB	PAG
	g/100g	nitrogen g/100g	g/100g	mg/dl	mmol/L	
Sample 1	0.030	0.060	0.030	0.120	0.017	
Sample 2	0.000	0.010	0.060	2.410	0.020	
Sample 3	0.010	0.010	0.030	1.440	0.008	
Sample 4	0.020	0.010	0.040	0.720	0.001	
Sample 5	0.020	0.010	0.020	1.560	0.002	
Sample 6	0.050	0.050	0.020	1.020	0.012	
Sample 7	0.000	0.010	0.020	0.420	0.023	
Sample 8	0.010	0.040	0.020	0.300	0.025	
Sample 9	0.020	0.030	0.040	1.440	0.024	
Sample 10	0.000	0.000	0.030	0.180	0.014	
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	

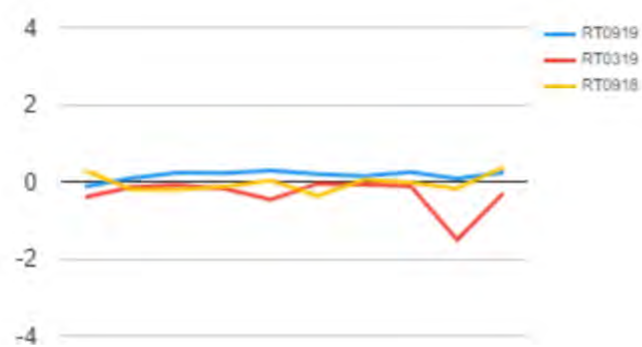
G

Your Z-Score PT					
	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB
Sample 1	0.188	-0.968	-0.096	-0.015	-1.202
Sample 2	0.151	-1.684	-0.100	-0.375	-0.442
Sample 3	0.149	-1.590	-0.136	-0.162	-0.995
Sample 4	0.165	-1.790	-0.294	-0.195	-0.460
Sample 5	0.089	-0.899	-0.506	-0.530	-0.934
Sample 6	0.044	-1.958	-0.474	-0.194	-0.048
Sample 7	0.088	-2.113	-0.761	0.544	-0.451
Sample 8	0.208	-1.308	-0.730	0.194	-0.189
Sample 9	0.190	-1.494	-0.846	-0.340	-0.160
Sample 10	-0.087	-1.249	-0.637	-0.103	-0.393
Your Z-Score Fix					
	Fat	Protein	Lactose	Urea	BHB
Sample 1	0.232	-0.856	-0.288	-0.043	
Sample 2	0.243	-1.130	-0.303	-1.180	
Sample 3	0.192	-1.376	-0.352	-0.449	
Sample 4	0.215	-2.123	-0.674	-0.508	
Sample 5	0.086	-1.402	-1.055	-1.668	
Sample 6	0.084	-1.631	-1.066	-0.688	
Sample 7	0.139	-1.728	-1.567	1.356	
Sample 8	0.291	-1.239	-1.552	0.499	
Sample 9	0.240	-1.780	-1.977	-0.948	
Sample 10	-0.129	-1.077	-1.620	-0.243	
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	

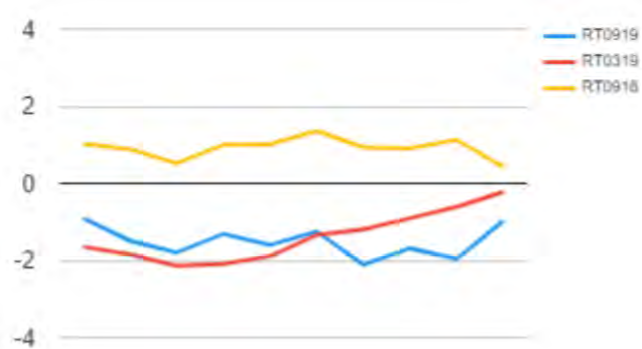
ZSCORE-PT - fat_rout



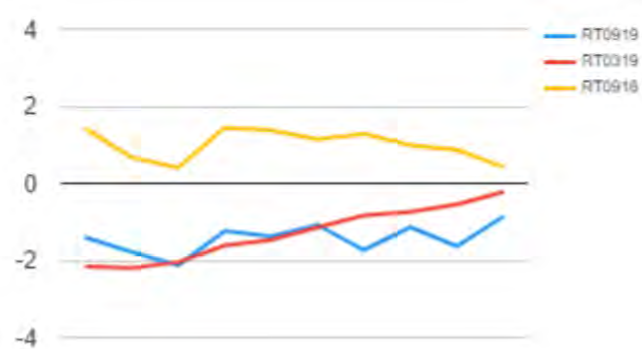
ZSCORE-FIX - fat_rout



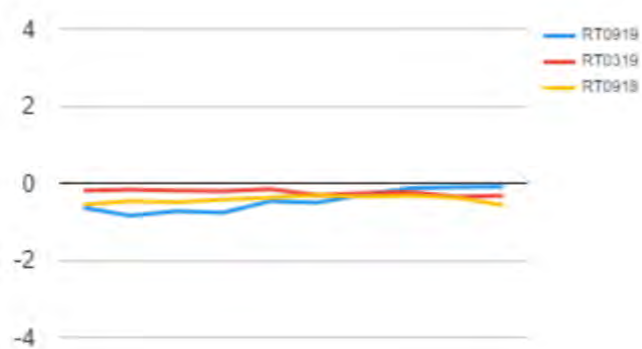
ZSCORE-PT - protein_rout



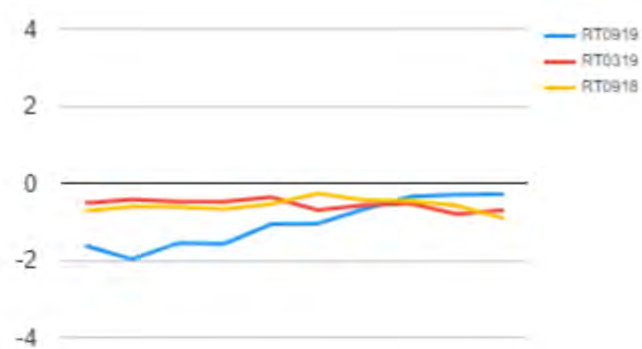
ZSCORE-FIX - protein_rout



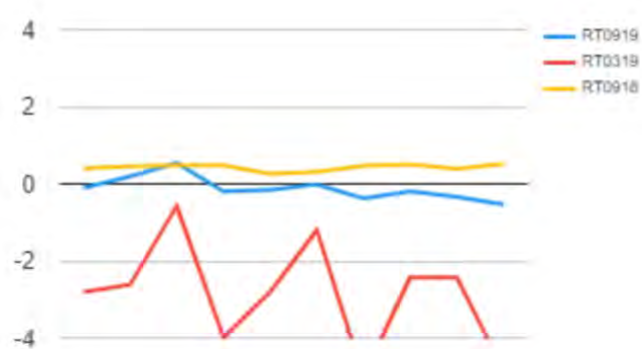
ZSCORE-PT - lactose_rout



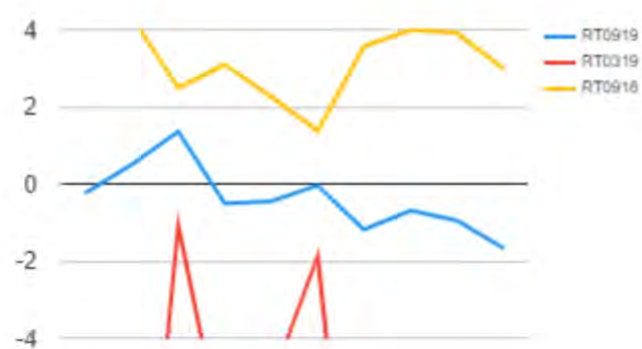
ZSCORE-FIX - lactose_rout



ZSCORE-PT - urea_rout



ZSCORE-FIX - urea_rout





**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

September 2019

Raw Milk

**Determination of FAT CONTENT
Routine method**

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)		
ICAR Staff	Silvia Orlandini	pt@icar.org	silvia@icar.org



ACCREDITATION
N° 1 2473
PORTÉE
DISPONIBLE SUR
WWW.COFRAC.FR

Table I : Ranking of the laboratories

Units : g / 100 g

Nb	%	N°	d	Sd	D	Method
1	3	3	+ 0,006	0,005	0,008	IR
2	6	25	+ 0,007	0,013	0,014	IR
3	10	2	+ 0,004	0,014	0,015	IR
4	13	10	- 0,000	0,019	0,019	IR
5	16	4	+ 0,014	0,013	0,019	IR
6	19	6	- 0,017	0,017	0,024	IR
7	23	21	+ 0,013	0,020	0,024	IR
8	26	28	- 0,025	0,011	0,027	IR
9	29	1	- 0,000	0,029	0,029	IR
10	32	9	- 0,021	0,022	0,030	IR
11	35	20	- 0,009	0,029	0,030	IR
12	39	26	- 0,026	0,016	0,031	IR
13	42	29	+ 0,030	0,014	0,033	IR
14	45	5	- 0,022	0,026	0,034	IR
15	48	27	- 0,032	0,013	0,035	IR
16	52	18	+ 0,033	0,014	0,036	IR
17	55	16	- 0,025	0,033	0,041	IR
18	58	12	- 0,009	0,046	0,047	IR
19	61	15	+ 0,045	0,013	0,047	IR
20	65	13	- 0,039	0,028	0,047	IR
21	68	14	+ 0,045	0,016	0,048	IR
22	71	11	- 0,016	0,052	0,054	IR
23	74	17	- 0,049	0,026	0,055	IR
24	77	30	- 0,053	0,024	0,058	IR
25	81	22	- 0,066	0,014	0,067	IR
26	84	23	- 0,033	0,063	0,071	IR
27	87	24	- 0,085	0,046	0,096	IR
28	90	31	+ 0,093	0,056	0,109	IR
29	94	8	+ 0,128	0,053	0,139	IR
30	97	7	+ 0,080	0,149	0,169	IR
31	100	19	+ 0,151	0,171	0,228	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 31 sets of results send by 31 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 %)	Sr _{PT}	0,006
Reproducibility standard deviation of this ICAR proficiency test (after Cochran and Grubbs elimination at 5 %)	SR _{PT}	0,052

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	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20
2	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,003	20
3	0,030	0,000	0,010	0,020	0,020	0,050	0,000	0,010	0,020	0,000	0,015	20
4	0,010	0,020	0,010	0,010	0,000	0,050	0,010	0,010	0,010	0,040	0,016	20
5	0,020	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,006	20
6	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20
7	0,020	0,027	0,003	0,010	0,007	0,012	0,005	0,017	0,017	0,013	0,010	20
8	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,005	20
9	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003	0,001	0,004	0,001	20
10	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,005	20
11	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,006	20
12	0,000	0,000	0,003	0,010	0,000	0,000	0,290	0,000	0,000	0,000	0,065	20
13	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
14	0,010	0,0	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,01	20
15	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,004	20
16	0,005	0,005	0,003	0,010	0,015	0,010	0,008	0,015	0,006	0,004	0,006	20
17	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,004	20
18	0,000	0,000	0,000	**	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,004	18
19	0,050	0,480	**	0,130	0,010	0,230	0,100	0,090	0,020	**	0,142	16
20	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,004	20
21	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,005	20
22	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,004	20
23	0,000	0,010	0,010	0,000	0,030	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,008	20
24	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,003	20
25	0,003	0,003	0,001	0,003	0,003	0,008	0,009	0,007	0,003	0,001	0,003	20
26	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,004	20
27	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,002	20
28	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,003	20
29	0,020	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,008	20
30	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,002	20
31	0,030	0,040	0,040	0,110	0,070	0,100	0,090	0,020	0,010	0,050	0,046	20
Sr	0,010	0,06	0,007	0,022	0,011	0,034	0,041	0,013	0,006	0,009		614
NE	62	62	60	60	62	62	62	62	62	60		
L	0,035	0,020	0,019	0,016	0,020	0,025	0,019	0,025	0,024	0,016		

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 code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	4,625	4,055	3,430	2,750	2,010	4,425	3,785	3,050	2,385	1,380
2	4,575	4,030	3,420	2,770	2,060	4,370	3,775	3,070	2,430	1,440
3	4,595	4,050	3,425	2,770	2,050	4,395	3,770	3,065	2,420	1,420
4	4,605	4,060	3,425	2,765	2,040	4,435	3,785	3,065	2,415	1,440
5	4,540	4,000	3,385	2,760	2,055	4,330	3,740	3,015	2,425	1,430
6	4,555	4,000	3,395	2,750	2,045	4,355	3,745	3,040	2,405	1,440
7	4,267 *	4,224	3,546	2,849	2,114	4,603	3,911	3,193	2,521	1,476
8	4,780 *	4,210	3,565	2,845	2,100	4,575	3,940	3,175	2,500	1,485
9	4,604	4,018	3,396	2,761	2,012	4,381	3,749	3,034	2,377	1,361
10	4,600	4,035	3,430	2,750	2,015	4,395	3,790	3,075	2,400	1,405
11	4,645	4,070	3,415	2,725	1,975	4,420	3,780	3,040	2,350	1,320
12	4,600	4,040	3,422	2,765	2,050	4,400	3,625	3,060	2,410	1,430
13	4,505	3,970	3,375	2,740	2,040	4,320	3,720	3,030	2,400	1,410
14	4,615	4,070	3,460	2,805	2,100	4,415	3,805	3,105	2,470	1,500
15	4,635	4,085	3,470	2,820	2,080	4,440	3,820	3,105	2,455	1,440
16	4,578	4,058	3,418	2,695	2,053	4,395	3,706	2,988	2,386	1,371
17	4,510	3,965	3,355	2,715	2,020	4,310	3,710	3,020	2,385	1,420
18	4,640	4,090	3,460		2,075	4,415	3,775	3,090	2,440	1,450
19	4,705	4,160	4,050 *	2,855	2,115	4,485	3,850	3,135	2,490	1,560
20	4,600	4,045	3,420	2,760	2,040	4,385	3,750	2,965	2,410	1,435
21	4,560	4,040	3,440	2,790	2,080	4,380	3,770	3,085	2,440	1,440
22	4,500	3,975	3,360	2,710	1,990	4,305	3,700	3,000	2,355	1,345
23	4,630	4,065	3,405	2,700	1,945	4,425	3,775	3,015	2,320	1,290
24	4,560	4,000	3,350	2,660	1,890 *	4,345	3,710	2,970	2,280	1,285
25	4,610	4,029	3,421	2,792	2,053	4,390	3,773	3,064	2,406	1,434
26	4,540	3,995	3,385	2,740	2,040	4,350	3,740	3,025	2,390	1,430
27	4,540	3,990	3,380	2,730	2,030	4,350	3,735	3,020	2,380	1,420
28	4,550	4,000	3,390	2,740	2,030	4,355	3,745	3,030	2,390	1,420
29	4,610	4,075	3,465	2,800	2,065	4,425	3,805	3,095	2,435	1,425
30	4,520	3,960	3,355	2,700	2,010	4,310	3,700	3,010	2,380	1,420
31	4,655	4,130	3,500	2,885	2,045	4,610	3,865	3,160	2,465	1,515
M	4,586	4,048	3,422	2,763	2,045	4,403	3,769	3,058	2,410	1,421
REF.	4,586	4,040	3,417	2,761	2,047	4,392	3,764	3,053	2,410	1,425
SD	0,050	0,065	0,051	0,052	0,039	0,077	0,063	0,056	0,050	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 31 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	19	7;19; 31	31	3;19; 31	23;31	3;4; 19;31	12;19 ;31	19		4;31
Outlier Grubbs	7;8		19		24					
sr	0,008	0,005	0,005	0,004	0,005	0,006	0,005	0,006	0,006	0,004
SR	0,045	0,051	0,050	0,045	0,035	0,069	0,056	0,055	0,050	0,052

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

Sample code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	d	Sd _{lab}	t
1	+ 0,039	+ 0,015	+ 0,013	- 0,011	- 0,037	+ 0,033	+ 0,021	- 0,003	- 0,025	- 0,045	- 0,000	0,029	0,01
2	- 0,011	- 0,010	+ 0,003	+ 0,009	+ 0,013	- 0,022	+ 0,011	+ 0,017	+ 0,020	+ 0,015	+ 0,004	0,014	0,99
3	+ 0,009	+ 0,010	+ 0,008	+ 0,009	+ 0,003	+ 0,003	+ 0,006	+ 0,012	+ 0,010	- 0,005	+ 0,006	0,005	4,12
4	+ 0,019	+ 0,020	+ 0,008	+ 0,004	- 0,007	+ 0,043	+ 0,021	+ 0,012	+ 0,005	+ 0,015	+ 0,014	0,013	3,26
5	- 0,046	- 0,040	- 0,032	- 0,001	+ 0,008	- 0,062	- 0,024	- 0,038	+ 0,015	+ 0,005	- 0,022	0,026	2,59
6	- 0,031	- 0,040	- 0,022	- 0,011	- 0,002	- 0,037	- 0,019	- 0,013	- 0,005	+ 0,015	- 0,017	0,017	3,11
7	- 0,319	+ 0,183	+ 0,128	+ 0,088	+ 0,067	+ 0,211	+ 0,146	+ 0,139	+ 0,110	+ 0,050	+ 0,080	0,149	1,71
8	+ 0,194	+ 0,170	+ 0,148	+ 0,084	+ 0,053	+ 0,183	+ 0,176	+ 0,122	+ 0,090	+ 0,060	+ 0,128	0,053	7,59
9	+ 0,018	- 0,023	- 0,022	- 0,001	- 0,035	- 0,011	- 0,015	- 0,020	- 0,034	- 0,064	- 0,021	0,022	3,01
10	+ 0,014	- 0,005	+ 0,013	- 0,011	- 0,032	+ 0,003	+ 0,026	+ 0,022	- 0,010	- 0,020	- 0,000	0,019	0,02
11	+ 0,059	+ 0,030	- 0,002	- 0,036	- 0,072	+ 0,028	+ 0,016	- 0,013	- 0,060	- 0,105	- 0,016	0,052	0,95
12	+ 0,014	- 0,000	+ 0,004	- 0,006	+ 0,003	+ 0,008	- 0,139	+ 0,007	- 0,000	+ 0,005	- 0,009	0,046	0,65
13	- 0,081	- 0,070	- 0,042	- 0,021	- 0,007	- 0,072	- 0,044	- 0,023	- 0,010	- 0,015	- 0,039	0,028	4,44
14	+ 0,029	+ 0,0	+ 0,043	+ 0,044	+ 0,053	+ 0,023	+ 0,041	+ 0,052	+ 0,060	+ 0,075	+ 0,04	0,016	9,09
15	+ 0,049	+ 0,045	+ 0,053	+ 0,059	+ 0,033	+ 0,048	+ 0,056	+ 0,052	+ 0,045	+ 0,015	+ 0,045	0,013	11,22
16	- 0,008	+ 0,017	+ 0,000	- 0,066	+ 0,006	+ 0,003	- 0,058	- 0,066	- 0,024	- 0,054	- 0,025	0,033	2,40
17	- 0,076	- 0,075	- 0,062	- 0,046	- 0,027	- 0,082	- 0,054	- 0,033	- 0,025	- 0,005	- 0,049	0,026	6,00
18	+ 0,054	+ 0,050	+ 0,043		+ 0,028	+ 0,023	+ 0,011	+ 0,037	+ 0,030	+ 0,025	+ 0,033	0,014	7,23
19	+ 0,119	+ 0,120	+ 0,633	+ 0,094	+ 0,068	+ 0,093	+ 0,086	+ 0,082	+ 0,080	+ 0,135	+ 0,151	0,171	2,80
20	+ 0,014	+ 0,005	+ 0,003	- 0,001	- 0,007	- 0,007	- 0,014	- 0,088	- 0,000	+ 0,010	- 0,009	0,029	0,93
21	- 0,026	- 0,000	+ 0,023	+ 0,029	+ 0,033	- 0,012	+ 0,006	+ 0,032	+ 0,030	+ 0,015	+ 0,013	0,020	2,00
22	- 0,086	- 0,065	- 0,057	- 0,051	- 0,057	- 0,087	- 0,064	- 0,053	- 0,055	- 0,080	- 0,066	0,014	15,26
23	+ 0,044	+ 0,025	- 0,012	- 0,061	- 0,102	+ 0,033	+ 0,011	- 0,038	- 0,090	- 0,135	- 0,033	0,063	1,65
24	- 0,026	- 0,040	- 0,067	- 0,101	- 0,157	- 0,047	- 0,054	- 0,083	- 0,130	- 0,140	- 0,085	0,046	5,87
25	+ 0,024	- 0,012	+ 0,003	+ 0,030	+ 0,006	- 0,002	+ 0,008	+ 0,010	- 0,005	+ 0,008	+ 0,007	0,013	1,80
26	- 0,046	- 0,045	- 0,032	- 0,021	- 0,007	- 0,042	- 0,024	- 0,028	- 0,020	+ 0,005	- 0,026	0,016	5,02
27	- 0,046	- 0,050	- 0,037	- 0,031	- 0,017	- 0,042	- 0,029	- 0,033	- 0,030	- 0,005	- 0,032	0,013	7,59
28	- 0,036	- 0,040	- 0,027	- 0,021	- 0,017	- 0,037	- 0,019	- 0,023	- 0,020	- 0,005	- 0,025	0,011	7,32
29	+ 0,024	+ 0,035	+ 0,048	+ 0,039	+ 0,018	+ 0,033	+ 0,041	+ 0,042	+ 0,025	- 0,000	+ 0,030	0,014	6,85
30	- 0,066	- 0,080	- 0,062	- 0,061	- 0,037	- 0,082	- 0,064	- 0,043	- 0,030	- 0,005	- 0,053	0,024	7,01
31	+ 0,069	+ 0,090	+ 0,083	+ 0,124	- 0,002	+ 0,218	+ 0,101	+ 0,107	+ 0,055	+ 0,090	+ 0,093	0,056	5,29
d	+ 0,001	+ 0,008	+ 0,005	+ 0,002	- 0,002	+ 0,011	+ 0,005	+ 0,004	- 0,000	- 0,005	+ 0,004	0,071	
Sd	0,050	0,065	0,051	0,052	0,039	0,077	0,063	0,056	0,050	0,059	0,057		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = \pm 0,02 \text{ g / 100 g}$ Sd = 0,03 g / 100g**ISO 9622/IDF 141 : 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 code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,79	+0,23	+0,25	-0,22	-0,94	+0,43	+0,33	-0,06	-0,51	-0,77
2	-0,22	-0,16	+0,05	+0,17	+0,35	-0,28	+0,17	+0,30	+0,39	+0,25
3	+0,19	+0,15	+0,15	+0,17	+0,09	+0,04	+0,09	+0,21	+0,19	-0,09
4	+0,39	+0,31	+0,15	+0,07	-0,17	+0,56	+0,33	+0,21	+0,09	+0,25
5	-0,92	-0,62	-0,63	-0,03	+0,22	-0,80	-0,39	-0,69	+0,29	+0,08
6	-0,62	-0,62	-0,43	-0,22	-0,04	-0,47	-0,31	-0,24	-0,11	+0,25
7	-6,43	+2,84	+2,49	+1,68	+1,73	+2,74	+2,31	+2,49	+2,19	+0,85
8	+3,92	+2,63	+2,87	+1,61	+1,38	+2,37	+2,78	+2,18	+1,78	+1,01
9	+0,36	-0,35	-0,42	-0,02	-0,91	-0,14	-0,24	-0,36	-0,67	-1,09
10	+0,29	-0,08	+0,25	-0,22	-0,82	+0,04	+0,40	+0,39	-0,21	-0,34
11	+1,20	+0,46	-0,05	-0,70	-1,85	+0,37	+0,25	-0,24	-1,20	-1,78
12	+0,29	-0,00	+0,08	+0,07	+0,09	+0,11	-2,21	+0,12	-0,01	+0,08
13	-1,63	-1,09	-0,82	-0,41	-0,17	-0,93	-0,70	-0,42	-0,21	-0,26
14	+0,59	+0	+0,83	+0,84	+1,38	+0,30	+0,64	+0,92	+1,18	+1,27
15	+1,00	+0,69	+1,02	+1,13	+0,86	+0,63	+0,88	+0,92	+0,89	+0,25
16	-0,17	+0,27	+0,00	-1,28	+0,15	+0,04	-0,92	-1,18	-0,49	-0,92
17	-1,53	-1,17	-1,21	-0,89	-0,69	-1,06	-0,86	-0,60	-0,51	-0,09
18	+1,10	+0,77	+0,83		+0,74	+0,30	+0,17	+0,66	+0,59	+0,42
19	+2,41	+1,85	+1,25	+1,80	+1,77	+1,21	+1,35	+1,46	+1,58	+2,28
20	+0,29	+0,07	+0,05	-0,03	-0,17	-0,09	-0,23	-1,58	-0,01	+0,17
21	-0,52	-0,00	+0,44	+0,55	+0,86	-0,15	+0,09	+0,57	+0,59	+0,25
22	-1,73	-1,01	-1,11	-0,99	-1,46	-1,12	-1,02	-0,95	-1,10	-1,36
23	+0,89	+0,38	-0,24	-1,18	-2,62	+0,43	+0,17	-0,69	-1,80	-2,29
24	-0,52	-0,62	-1,31	-1,95	-1,04	-0,60	-0,86	-1,49	-2,59	-2,37
25	+0,48	-0,18	+0,06	+0,58	+0,15	-0,02	+0,13	+0,18	-0,10	+0,14
26	-0,92	-0,70	-0,63	-0,41	-0,17	-0,54	-0,39	-0,51	-0,41	+0,08
27	-0,92	-0,78	-0,73	-0,60	-0,43	-0,54	-0,47	-0,60	-0,60	-0,09
28	-0,72	-0,62	-0,53	-0,41	-0,43	-0,47	-0,31	-0,42	-0,41	-0,09
29	+0,49	+0,54	+0,93	+0,74	+0,48	+0,43	+0,64	+0,74	+0,49	-0,00
30	-1,33	-1,24	-1,21	-1,18	-0,94	-1,06	-1,02	-0,78	-0,60	-0,09
31	+1,40	+1,39	+1,61	+2,38	-0,04	+2,83	+1,59	+1,91	+1,08	+1,52

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

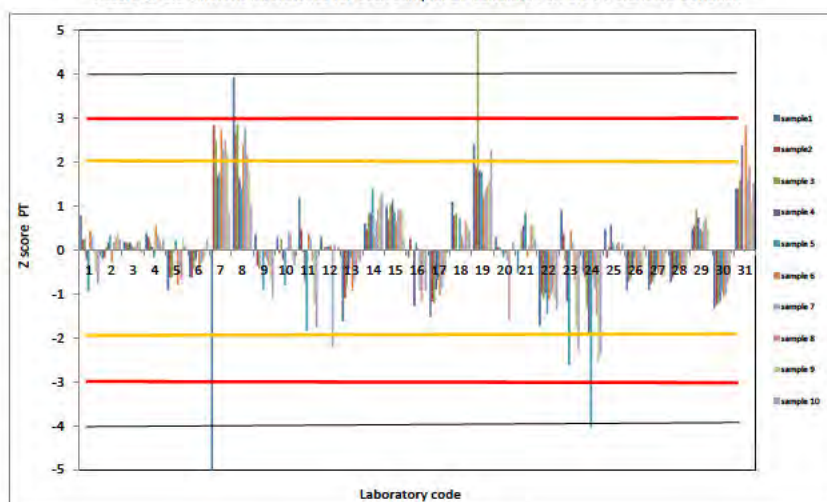


Table VII: Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

Sample and code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,98	+0,37	+0,32	-0,29	-0,91	+0,83	+0,51	-0,08	-0,64	-1,13
2	-0,27	-0,26	+0,07	+0,21	+0,34	-0,54	+0,26	+0,42	+0,49	+0,37
3	+0,23	+0,24	+0,19	+0,21	+0,09	+0,08	+0,14	+0,29	+0,24	-0,13
4	+0,48	+0,49	+0,19	+0,09	-0,16	+1,08	+0,51	+0,29	+0,11	+0,37
5	-1,14	-1,01	-0,81	-0,04	+0,21	-1,54	-0,61	-0,96	+0,36	+0,12
6	-0,77	-1,01	-0,56	-0,29	-0,04	-0,92	-0,49	-0,33	-0,14	+0,37
7	-7,97	+4,58	+3,20	+2,19	+1,67	+5,28	+3,65	+3,48	+2,75	+1,26
8	+4,86	+4,24	+3,69	+2,09	+1,34	+4,58	+4,39	+3,04	+2,24	+1,50
9	+0,44	-0,57	-0,55	-0,02	-0,88	-0,28	-0,39	-0,50	-0,85	-1,60
10	+0,36	-0,13	+0,32	-0,29	-0,79	+0,08	+0,64	+0,54	-0,26	-0,50
11	+1,48	+0,74	-0,06	-0,91	-1,79	+0,71	+0,39	-0,33	-1,51	-2,63
12	+0,36	-0,01	+0,10	+0,09	+0,09	+0,21	-3,99	+0,17	-0,01	+0,12
13	-2,02	-1,76	-1,06	-0,53	-0,16	-1,79	-1,11	-0,58	-0,26	-0,38
14	+0,73	+1	+1,07	+1,09	+1,34	+0,58	+1,01	+1,29	+1,49	+1,87
15	+1,23	+1,12	+1,32	+1,46	+0,84	+1,21	+1,39	+1,29	+1,11	+0,37
16	-0,21	+0,43	+0,00	-1,66	+0,15	+0,08	-1,46	-1,65	-0,61	-1,35
17	-1,89	-1,88	-1,56	-1,16	-0,66	-2,04	-1,36	-0,83	-0,64	-0,13
18	+1,36	+1,24	+1,07	+0,71	+0,58	+0,26	+0,92	+0,74	+0,62	+0,62
19	+2,98	+2,99	+15,80	+2,34	+1,71	+2,33	+2,14	+2,04	+1,99	+3,37
20	+0,36	+0,12	+0,07	-0,04	-0,16	-0,17	-0,36	-2,21	-0,01	+0,25
21	-0,64	-0,01	+0,57	+0,71	+0,84	-0,29	+0,14	+0,79	+0,74	+0,37
22	-2,14	-1,63	-1,43	-1,29	-1,41	-2,17	-1,61	-1,33	-1,39	-2,00
23	+1,11	+0,62	-0,31	-1,54	-2,54	+0,83	+0,26	-0,96	-2,26	-3,38
24	-0,64	-1,01	-1,68	-2,54	-3,91	-1,17	-1,36	-2,08	-3,26	-3,50
25	+0,59	-0,29	+0,08	+0,75	+0,15	-0,04	+0,20	+0,25	-0,12	+0,21
26	-1,14	-1,13	-0,81	-0,53	-0,16	-1,04	-0,61	-0,71	-0,51	+0,12
27	-1,14	-1,26	-0,93	-0,79	-0,41	-1,04	-0,74	-0,83	-0,76	-0,13
28	-0,89	-1,01	-0,68	-0,53	-0,41	-0,92	-0,49	-0,58	-0,51	-0,13
29	+0,61	+0,87	+1,19	+0,96	+0,46	+0,83	+1,01	+1,04	+0,61	-0,00
30	-1,64	-2,01	-1,56	-1,54	-0,91	-2,04	-1,61	-1,08	-0,76	-0,13
31	+1,73	+2,24	+2,07	+3,09	-0,04	+5,46	+2,51	+2,67	+1,36	+2,25

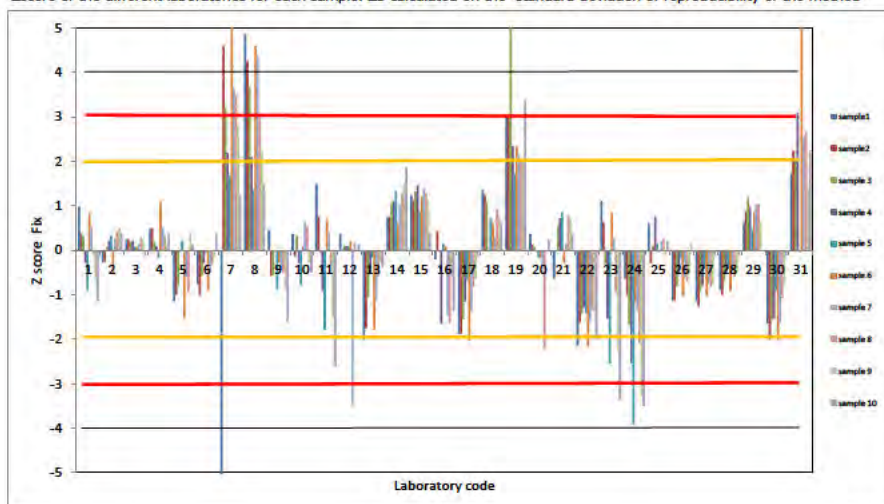
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

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



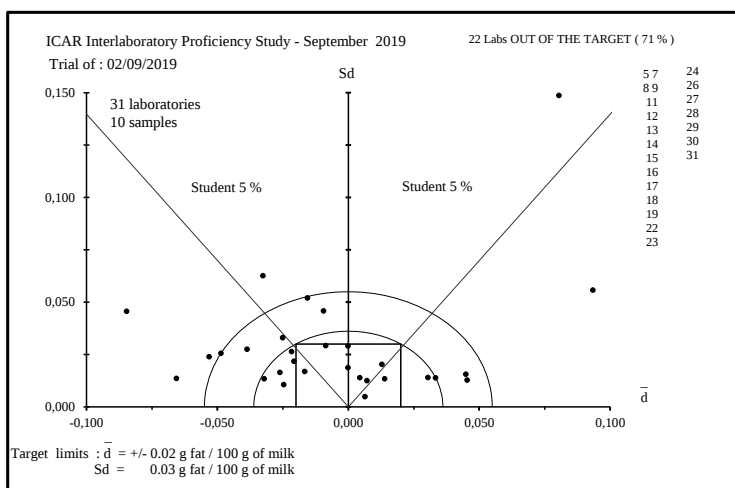


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
Fat Routine method
September 2019

Name	City	Country
AO Agropfen	Moskow	RU
Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte (LSL-AIA)	Maccaresse	IT
CIS	Telford, Shropshire	GB
COOPRINSEM	Osorno	CL
Council of Agriculture,	Tainan	TW
Epta Laboratories LTD	Agios Dometios Nicosia	CY
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jonkoping	SE
Eurofins Steins Laboratorium A/S	Vejen	DK
Instituto Nacional de Tecnologia Industrial (INTI)	Rafaela (Santa Fe)	AR
Korea Animal Improvement Association	Anseong-si, gyeonggi-do	KP
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka,	Novi Sad	CS
Merieux NutriSciences	Midrand	ZA
Mérieux NutriSciences Cape Town	Cape Town	ZA
Office de l'Elevage et des Pâturages, Laboratoire de Contrôle Laitier	Tunis	TN
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	FI
Plemenárske služby SR, š.p., Centrálné laboratórium rozboru mlieka	Zlilina	SK
Suisselab AG	Zollikofen	CH
Tine Ramelklaboratoriet Heimdal	Heimdal	NO
University of Ljubljana	Domzale	SI
Valio Oy, Regional laboratory	Seinajoki	FI



**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

September 2019

Raw Milk

**Determination of CRUDE PROTEIN CONTENT
Routine method**

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)		
ICAR Staff	Silvia Orlandini	pt@icar.org	silvia@icar.org



ACCREDITATION
N°1 2473
PORTÉE
DISPONIBLE SUR
WWW.COFRAC.FR

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

Nb	%	N°	d	Sd	D	Method
1	3	14	+ 0,003	0,003	0,004	IR
2	6	25	+ 0,001	0,007	0,007	IR
3	10	1	- 0,004	0,008	0,009	IR
4	13	6	+ 0,000	0,010	0,010	IR
5	16	10	- 0,000	0,010	0,010	IR
6	19	26	+ 0,002	0,013	0,013	IR
7	23	4	+ 0,010	0,010	0,014	IR
8	26	27	- 0,014	0,006	0,015	IR
9	29	28	- 0,011	0,012	0,017	IR
10	32	17	- 0,013	0,010	0,017	IR
11	35	12	+ 0,012	0,012	0,017	IR
12	39	13	- 0,013	0,012	0,018	IR
13	42	18	+ 0,019	0,006	0,020	IR
14	45	8	+ 0,022	0,008	0,024	IR
15	48	29	+ 0,016	0,018	0,024	IR
16	52	9	- 0,024	0,006	0,024	IR
17	55	11	- 0,019	0,018	0,027	IR
18	58	22	+ 0,019	0,022	0,029	IR
19	61	30	- 0,021	0,024	0,032	IR
20	65	20	+ 0,046	0,009	0,047	IR
21	68	15	+ 0,048	0,020	0,052	IR
22	71	16	+ 0,052	0,008	0,053	IR
23	74	21	- 0,056	0,012	0,058	IR
24	77	5	- 0,055	0,016	0,058	IR
25	81	3	- 0,057	0,015	0,059	IR
26	84	24	- 0,036	0,053	0,064	IR
27	87	2	- 0,043	0,048	0,064	IR
28	90	19	+ 0,079	0,012	0,080	IR
29	94	7	- 0,147	0,161	0,219	IR
30	97	23	- 0,043	0,337	0,340	IR
31	100	31	+ 0,033	0,356	0,357	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 :

$$\pm 0,025 \text{ g / 100 g for } d \text{ and } 0,020 \text{ g / 100 g for } Sd$$

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 31 sets of results send by 31 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 %)

Sr_{PT} 0,007

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

SR_{PT} 0,038

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	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,006	20
2	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,004	20
3	0,060 *	0,010	0,010	0,010	0,010	0,050 *	0,010	0,040 *	0,030 *	0,000	0,021	20
4	0,000	0,000	0,010	0,020	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,006	20
5	0,020	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,007	20
6	0,000	0,010	0,010	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,005	20
7	0,001	0,018	0,011	0,022	0,021	0,032 *	0,017	0,009	0,012	0,015	0,013	20
8	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,006	20
9	0,002	0,004	0,001	0,005	0,000	0,004	0,002	0,001	0,000	0,004	0,002	20
10	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,005	20
11	0,020	0,010	0,000	0,010	0,020	0,010	0,000	0,020	0,010	0,010	0,009	20
12	0,010	0,000	0,000	0,000	0,020	0,070 *	0,000	0,000	0,000	0,000	0,016	20
13	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
14	0,010	0,000	0,020	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	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	0,007	0,004	0,001	0,004	0,002	0,004	0,007	0,003	0,002	0,000	0,003	20
17	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,005	20
18	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,004	20
19	0,020	0,030	0,040 *	0,020	0,010	0,030 *	0,020	0,030 *	0,010	0,010	0,017	20
20	0,010	0,030	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,009	20
21	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,005	20
22	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,005	20
23	0,030	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,008	20
24	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,020	0,007	20
25	0,000	0,004	0,003	0,006	0,002	0,005	0,001	0,003	0,001	0,000	0,002	20
26	0,020	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,007	20
27	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,020	0,000	0,000	0,000	0,005	20
28	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
29	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,004	20
30	0,020	0,000	0,000	0,020	0,000	0,010	0,000	0,010	0,030 *	0,010	0,010	20
31	0,040	0,020	0,040 *	0,130 *	0,130 *	0,070 *	0,100 *	0,060 *	0,070 *	0,020	0,055	20
Sr	0,012	0,008	0,009	0,018	0,018	0,016	0,014	0,011	0,011	0,006		620
NE	62	62	62	62	62	62	62	62	62	62		
L	0,042	0,033	0,021	0,031	0,026	0,021	0,023	0,021	0,017	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	3,735	3,535	3,265	2,885	2,690	3,645	3,460	3,080	2,785	3,275
2	3,785	3,540	3,230	2,810	2,575	3,660	3,445	3,005	2,690	3,230
3	3,720	3,495	3,215	2,815	2,625	3,585	3,395	3,030	2,715	3,230
4	3,750	3,540	3,275	2,920	2,705	3,655	3,470	3,090	2,810	3,280
5	3,720	3,500	3,210	2,825	2,605	3,615	3,420	3,020	2,715	3,215
6	3,750	3,535	3,265	2,900	2,700	3,650	3,450	3,080	2,800	3,270
7	4,057 *	3,297 *	3,078 *	2,684 *	2,532	3,400 *	3,254 *	2,903 *	2,617 *	3,105 *
8	3,765	3,555	3,290	2,935	2,705	3,665	3,485	3,115	2,810	3,295
9	3,742	3,515	3,249	2,869	2,659	3,629	3,440	3,051	2,755	3,255
10	3,745	3,535	3,270	2,910	2,700	3,650	3,450	3,085	2,785	3,265
11	3,740	3,535	3,270	2,865	2,630	3,645	3,460	3,050	2,745	3,265
12	3,775	3,560	3,280	2,910	2,710	3,635	3,480	3,090	2,800	3,280
13	3,725	3,520	3,250	2,895	2,690	3,630	3,440	3,070	2,790	3,260
14	3,755	3,540	3,270	2,900	2,690	3,655	3,470	3,080	2,790	3,275
15	3,770	3,570	3,315	2,960	2,760	3,680	3,500	3,140	2,860	3,320
16	3,793	3,595	3,321	2,951	2,740	3,701	3,521	3,137	2,850	3,316
17	3,760	3,530	3,255	2,875	2,660	3,650	3,455	3,060	2,765	3,255
18	3,765	3,555	3,290	2,920	2,710	3,665	3,480	3,095	2,810	3,300
19	3,850	3,635 *	3,350	2,970	2,755	3,745	3,540	3,155	2,855	3,335
20	3,815	3,585	3,325	2,935	2,730	3,695	3,510	3,115	2,840	3,305
21	3,715	3,495	3,210	2,825	2,615	3,610	3,410	3,015	2,730	3,210
22	3,805	3,575	3,300	2,900	2,675	3,690	3,490	3,075	2,775	3,305
23	3,725	3,565	3,330	2,990	2,800	2,655 *	3,495	3,150	2,895	3,360
24	3,665	3,485	3,240	2,905	2,720	3,585	3,415	3,070	2,810	3,140 *
25	3,768	3,541	3,273	2,893	2,680	3,658	3,469	3,082	2,776	3,275
26	3,780	3,555	3,265	2,895	2,675	3,665	3,470	3,075	2,780	3,260
27	3,745	3,530	3,255	2,880	2,670	3,640	3,460	3,060	2,770	3,250
28	3,730	3,520	3,260	2,895	2,695	3,630	3,440	3,070	2,790	3,260
29	3,745	3,550	3,285	2,930	2,730	3,645	3,470	3,100	2,820	3,285
30	3,770	3,550	3,240	2,850	2,630	3,645	3,460	3,045	2,745	3,255
31	4,200 *	3,960 *	3,270	2,995	2,525	3,975 *	3,500	3,110	2,715	2,480 *
M	3,755	3,540	3,271	2,900	2,677	3,651	3,465	3,080	2,786	3,275
REF.	3,754	3,540	3,270	2,900	2,681	3,650	3,464	3,080	2,786	3,273
SD	0,035	0,027	0,035	0,047	0,062	0,033	0,033	0,038	0,048	0,034

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 31 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	3		19;31	31	31	3;7;12; 19;31	31	3;19; 31	3;30; 31	
Cochran										
Outlier Grubbs	7;31	7;19; 31	7	7		7;23; ;31	7	7	7	7;24; 31
sr	0,009	0,006	0,005	0,007	0,006	0,005	0,005	0,005	0,004	0,005
SR	0,036	0,027	0,033	0,045	0,057	0,026	0,033	0,036	0,045	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	- 0,019	- 0,005	- 0,005	- 0,015	+ 0,009	- 0,005	- 0,004	+ 0,000	- 0,001	+ 0,002	- 0,004	0,008	1,72
2	+ 0,031	- 0,000	- 0,040	- 0,090	- 0,106	+ 0,010	- 0,019	- 0,075	- 0,096	- 0,043	- 0,043	0,048	2,83
3	- 0,034	- 0,045	- 0,055	- 0,085	- 0,056	- 0,065	- 0,069	- 0,050	- 0,071	- 0,043	- 0,057	0,015	11,86
4	- 0,004	- 0,000	+ 0,005	+ 0,020	+ 0,024	+ 0,005	+ 0,006	+ 0,010	+ 0,024	+ 0,007	+ 0,010	0,010	3,10
5	- 0,034	- 0,040	- 0,060	- 0,075	- 0,076	- 0,035	- 0,044	- 0,060	- 0,071	- 0,058	- 0,055	0,016	10,91
6	- 0,004	- 0,005	- 0,005	+ 0,000	+ 0,019	- 0,000	- 0,014	+ 0,000	+ 0,014	- 0,003	+ 0,000	0,010	0,04
7	+ 0,302	- 0,243	- 0,193	- 0,216	- 0,150	- 0,250	- 0,211	- 0,177	- 0,169	- 0,169	- 0,147	0,161	2,89
8	+ 0,011	+ 0,015	+ 0,020	+ 0,035	+ 0,024	+ 0,015	+ 0,021	+ 0,035	+ 0,024	+ 0,022	+ 0,022	0,008	8,62
9	- 0,012	- 0,025	- 0,022	- 0,031	- 0,022	- 0,021	- 0,024	- 0,029	- 0,031	- 0,018	- 0,024	0,006	12,46
10	- 0,009	- 0,005	- 0,000	+ 0,010	+ 0,019	- 0,000	- 0,014	+ 0,005	- 0,001	- 0,008	- 0,000	0,010	0,12
11	- 0,014	- 0,005	- 0,000	- 0,035	- 0,051	- 0,005	- 0,004	- 0,030	- 0,041	- 0,008	- 0,019	0,018	3,36
12	+ 0,021	+ 0,020	+ 0,010	+ 0,010	+ 0,029	- 0,015	+ 0,016	+ 0,010	+ 0,014	+ 0,007	+ 0,012	0,012	3,30
13	- 0,029	- 0,020	- 0,020	- 0,005	+ 0,009	- 0,020	- 0,024	- 0,010	+ 0,004	- 0,013	- 0,013	0,012	3,29
14	+ 0,001	- 0,000	- 0,000	+ 0,000	+ 0,009	+ 0,005	+ 0,006	+ 0,000	+ 0,004	+ 0,002	+ 0,003	0,003	2,69
15	+ 0,016	+ 0,030	+ 0,045	+ 0,060	+ 0,079	+ 0,030	+ 0,036	+ 0,060	+ 0,074	+ 0,047	+ 0,048	0,020	7,35
16	+ 0,038	+ 0,055	+ 0,050	+ 0,051	+ 0,059	+ 0,051	+ 0,056	+ 0,057	+ 0,064	+ 0,043	+ 0,052	0,008	21,98
17	+ 0,006	- 0,010	- 0,015	- 0,025	- 0,021	- 0,000	- 0,009	- 0,020	- 0,021	- 0,018	- 0,013	0,010	4,26
18	+ 0,011	+ 0,015	+ 0,020	+ 0,020	+ 0,029	+ 0,015	+ 0,016	+ 0,015	+ 0,024	+ 0,027	+ 0,019	0,006	10,28
19	+ 0,096	+ 0,095	+ 0,080	+ 0,070	+ 0,074	+ 0,095	+ 0,076	+ 0,075	+ 0,069	+ 0,062	+ 0,079	0,012	20,80
20	+ 0,061	+ 0,045	+ 0,055	+ 0,035	+ 0,049	+ 0,045	+ 0,046	+ 0,035	+ 0,054	+ 0,032	+ 0,046	0,009	15,32
21	- 0,039	- 0,045	- 0,060	- 0,075	- 0,066	- 0,040	- 0,054	- 0,065	- 0,056	- 0,063	- 0,056	0,012	15,14
22	+ 0,051	+ 0,035	+ 0,030	+ 0,000	- 0,006	+ 0,040	+ 0,026	- 0,005	- 0,011	+ 0,032	+ 0,019	0,022	2,71
23	- 0,029	+ 0,025	+ 0,060	+ 0,090	+ 0,119	- 0,995	+ 0,031	+ 0,070	+ 0,109	+ 0,087	- 0,043	0,337	0,41
24	- 0,089	- 0,055	- 0,030	+ 0,005	+ 0,039	- 0,065	- 0,049	- 0,010	+ 0,024	- 0,133	- 0,036	0,053	2,17
25	+ 0,014	+ 0,001	+ 0,002	- 0,007	- 0,001	+ 0,007	+ 0,004	+ 0,002	- 0,011	+ 0,002	+ 0,001	0,007	0,64
26	+ 0,026	+ 0,015	- 0,005	- 0,005	- 0,006	+ 0,015	+ 0,006	- 0,005	- 0,006	- 0,013	+ 0,002	0,013	0,54
27	- 0,009	- 0,010	- 0,015	- 0,020	- 0,011	- 0,010	- 0,004	- 0,020	- 0,016	- 0,023	- 0,014	0,006	7,45
28	- 0,024	- 0,020	- 0,010	- 0,005	+ 0,014	- 0,020	- 0,024	- 0,010	+ 0,004	- 0,013	- 0,011	0,012	2,75
29	- 0,009	+ 0,010	+ 0,015	+ 0,030	+ 0,049	- 0,005	+ 0,006	+ 0,020	+ 0,034	+ 0,012	+ 0,016	0,018	2,86
30	+ 0,016	+ 0,010	- 0,030	- 0,050	- 0,051	- 0,005	- 0,004	- 0,035	- 0,041	- 0,018	- 0,021	0,024	2,73
31	+ 0,446	+ 0,420	- 0,000	+ 0,095	- 0,156	+ 0,325	+ 0,036	+ 0,030	- 0,071	- 0,793	+ 0,033	0,356	0,29
d	+ 0,001	- 0,001	+ 0,001	+ 0,000	- 0,004	+ 0,001	+ 0,001	+ 0,000	- 0,000	+ 0,001	- 0,006	0,099	
Sd	0,035	0,027	0,035	0,047	0,062	0,033	0,033	0,038	0,048	0,034	0,040		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = \pm 0,025 \text{ g / 100 g}$

Sd = 0,020 g / 100 g

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	-0,54	-0,19	-0,15	-0,31	+0,14	-0,16	-0,13	+0,01	-0,02	+0,06
2	+0,87	-0,01	-1,16	-1,90	-1,70	+0,29	-0,58	-1,97	-2,02	-1,25
3	-0,97	-1,68	-1,59	-1,79	-0,90	-1,96	-2,11	-1,31	-1,49	-1,25
4	-0,12	-0,01	+0,14	+0,42	+0,38	+0,14	+0,18	+0,28	+0,50	+0,20
5	-0,97	-1,50	-1,73	-1,58	-1,22	-1,06	-1,35	-1,57	-1,49	-1,68
6	-0,12	-0,19	-0,15	+0,00	+0,30	-0,01	-0,43	+0,01	+0,29	-0,09
7	+8,55	-9,06	-5,56	-4,55	-2,40	-7,51	-6,44	-4,67	-3,55	-4,89
8	+0,30	+0,55	+0,58	+0,74	+0,38	+0,44	+0,64	+0,94	+0,50	+0,64
9	-0,35	-0,94	-0,62	-0,66	-0,35	-0,64	-0,74	-0,77	-0,65	-0,52
10	-0,26	-0,19	-0,00	+0,21	+0,30	-0,01	-0,43	+0,14	-0,02	-0,23
11	-0,40	-0,19	-0,00	-0,74	-0,82	-0,16	-0,13	-0,78	-0,86	-0,23
12	+0,59	+0,74	+0,29	+0,21	+0,46	-0,46	+0,49	+0,28	+0,29	+0,20
13	-0,83	-0,75	-0,58	-0,10	+0,14	-0,61	-0,74	-0,25	+0,08	-0,38
14	+0,02	-0,01	-0,00	+0,00	+0,14	+0,14	+0,18	+0,01	+0,08	+0,06
15	+0,45	+1,11	+1,30	+1,27	+1,27	+0,89	+1,10	+1,60	+1,55	+1,36
16	+1,08	+2,04	+1,46	+1,08	+0,94	+1,52	+1,72	+1,50	+1,34	+1,25
17	+0,16	-0,38	-0,43	-0,53	-0,34	-0,01	-0,28	-0,52	-0,44	-0,52
18	+0,30	+0,55	+0,58	+0,42	+0,46	+0,44	+0,49	+0,41	+0,50	+0,78
19	+2,71	+3,53	+2,31	+1,48	+1,19	+2,85	+2,32	+1,99	+1,44	+1,80
20	+1,72	+1,67	+1,59	+0,74	+0,78	+1,34	+1,40	+0,94	+1,13	+0,93
21	-1,11	-1,68	-1,73	-1,58	-1,06	-1,21	-1,65	-1,70	-1,18	-1,83
22	+1,44	+1,30	+0,87	+0,00	-0,10	+1,19	+0,79	-0,12	-0,23	+0,93
23	-0,83	+0,92	+1,73	+1,90	+1,91	-29,88	+0,94	+1,86	+2,28	+2,52
24	-2,52	-2,06	-0,87	+0,11	+0,62	-1,96	-1,50	-0,25	+0,50	-3,86
25	+0,39	+0,03	+0,07	-0,15	-0,02	+0,22	+0,13	+0,05	-0,22	+0,06
26	+0,73	+0,55	-0,15	-0,10	-0,10	+0,44	+0,18	-0,12	-0,13	-0,38
27	-0,26	-0,38	-0,43	-0,42	-0,18	-0,31	-0,13	-0,52	-0,34	-0,67
28	-0,69	-0,75	-0,29	-0,10	+0,22	-0,61	-0,74	-0,25	+0,08	-0,38
29	-0,26	+0,36	+0,43	+0,63	+0,78	-0,16	+0,18	+0,54	+0,71	+0,35
30	+0,45	+0,36	-0,87	-1,05	-0,82	-0,16	-0,13	-0,91	-0,86	-0,52
31	+12,61	+15,63	-0,00	+2,00	-2,50	+9,75	+1,10	+0,80	-1,49	-23,00

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

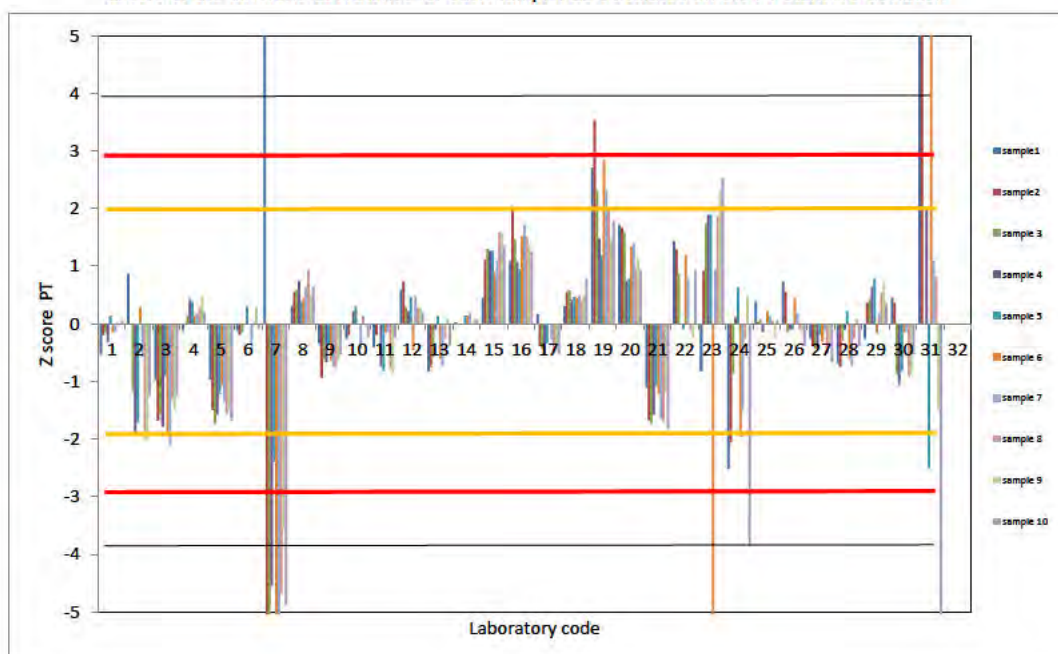


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.

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	-0,48	-0,13	-0,13	-0,37	+0,22	-0,13	-0,10	+0,01	-0,03	+0,05
2	+0,77	-0,01	-1,00	-2,25	-2,65	+0,24	-0,48	-1,86	-2,40	-1,08
3	-0,86	-1,13	-1,38	-2,12	-1,40	-1,63	-1,73	-1,24	-1,78	-1,08
4	-0,11	-0,01	+0,12	+0,50	+0,60	+0,12	+0,15	+0,26	+0,60	+0,17
5	-0,86	-1,01	-1,50	-1,87	-1,90	-0,88	-1,10	-1,49	-1,78	-1,45
6	-0,11	-0,13	-0,13	+0,00	+0,47	-0,01	-0,35	+0,01	+0,35	-0,08
7	+7,56	-6,08	-4,81	-5,40	-3,74	-6,26	-5,27	-4,43	-4,23	-4,21
8	+0,27	+0,37	+0,50	+0,88	+0,60	+0,37	+0,52	+0,89	+0,60	+0,55
9	-0,31	-0,63	-0,54	-0,79	-0,55	-0,53	-0,60	-0,73	-0,78	-0,45
10	-0,23	-0,13	-0,00	+0,25	+0,47	-0,01	-0,35	+0,14	-0,03	-0,20
11	-0,36	-0,13	-0,00	-0,87	-1,28	-0,13	-0,10	-0,74	-1,03	-0,20
12	+0,52	+0,49	+0,25	+0,25	+0,72	-0,38	+0,40	+0,26	+0,35	+0,17
13	-0,73	-0,51	-0,50	-0,12	+0,22	-0,51	-0,60	-0,24	+0,10	-0,33
14	+0,02	-0,01	-0,00	+0,00	+0,22	+0,12	+0,15	+0,01	+0,10	+0,05
15	+0,39	+0,74	+1,12	+1,50	+1,97	+0,74	+0,90	+1,51	+1,85	+1,17
16	+0,96	+1,37	+1,26	+1,28	+1,47	+1,27	+1,41	+1,42	+1,60	+1,07
17	+0,14	-0,26	-0,38	-0,62	-0,53	-0,01	-0,23	-0,49	-0,53	-0,45
18	+0,27	+0,37	+0,50	+0,50	+0,72	+0,37	+0,40	+0,39	+0,60	+0,67
19	+2,39	+2,37	+2,00	+1,75	+1,85	+2,37	+1,90	+1,89	+1,72	+1,55
20	+1,52	+1,12	+1,37	+0,88	+1,22	+1,12	+1,15	+0,89	+1,35	+0,80
21	-0,98	-1,13	-1,50	-1,87	-1,65	-1,01	-1,35	-1,61	-1,40	-1,58
22	+1,27	+0,87	+0,75	+0,00	-0,15	+0,99	+0,65	-0,11	-0,28	+0,80
23	-0,73	+0,62	+1,50	+2,25	+2,97	-24,88	+0,77	+1,76	+2,72	+2,17
24	-2,23	-1,38	-0,75	+0,13	+0,97	-1,63	-1,23	-0,24	+0,60	-3,33
25	+0,34	+0,02	+0,06	-0,17	-0,03	+0,18	+0,11	+0,05	-0,27	+0,05
26	+0,64	+0,37	-0,13	-0,12	-0,15	+0,37	+0,15	-0,11	-0,15	-0,33
27	-0,23	-0,26	-0,38	-0,50	-0,28	-0,26	-0,10	-0,49	-0,40	-0,58
28	-0,61	-0,51	-0,25	-0,12	+0,35	-0,51	-0,60	-0,24	+0,10	-0,33
29	-0,23	+0,24	+0,37	+0,75	+1,22	-0,13	+0,15	+0,51	+0,85	+0,30
30	+0,39	+0,24	-0,75	-1,25	-1,28	-0,13	-0,10	-0,86	-1,03	-0,45
31	+11,13	+10,49	-0,00	+2,38	-3,90	+8,12	+0,90	+0,76	-1,78	-19,83

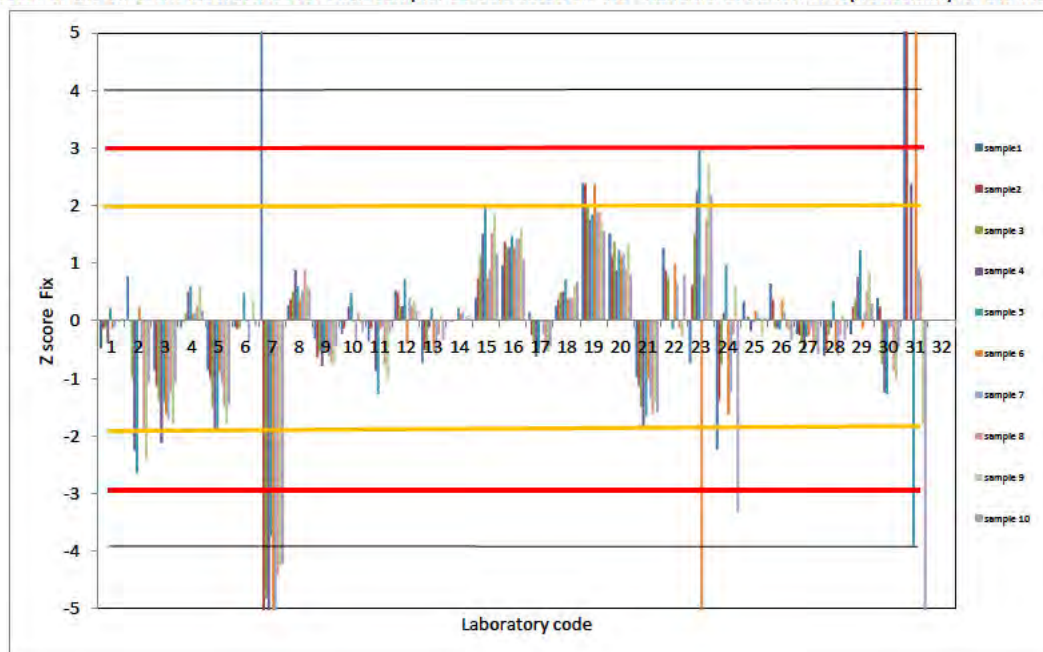
This table will allow to compare your ZSCORE from one PT to another because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

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



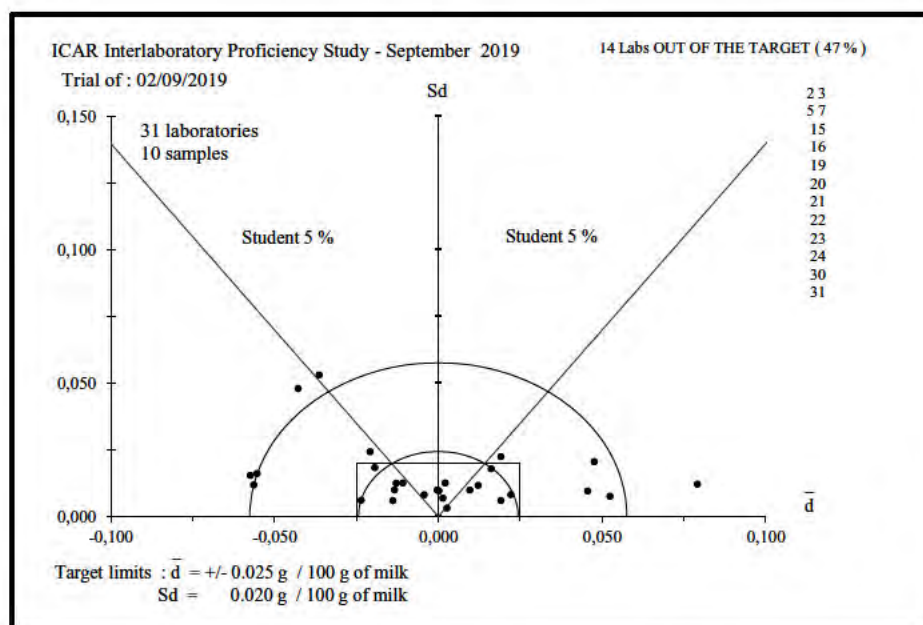


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
Protein Routine method
September 2019

Name	City	Country
AO Agroplen	Moskow	RU
Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte (LSL-AIA)	Maccaresse	IT
CIS	Telford, Shropshire	GB
COOPRINSEM	Osorno	CL
Council of Agriculture,	Tainan	TW
Epta Laboratories LTD	Agios Dometios Nicosia	CY
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jonkoping	SE
Eurofins Steins Laboratorium A/S	Vejen	DK
Instituto Nacional de Tecnologia Industrial (INTI)	Rafaela (Santa Fe)	AR
Korea Animal Improvement Association	Anseong-si, gyeonggi-do	KP
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka,	Novi Sad	CS
Merieux NutriSciences	Midrand	ZA
Mérieux NutriSciences Cape Town	Cape Town	ZA
Office de l'Elevage et des Pâturages, Laboratoire de Contrôle Laitier	Tunis	TN
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	FI
Plemenárske služby SR, š.p., Centrálné laboratórium rozboru mlieka	Zilina	SK
Suisselab AG	Zollikofen	CH
Tine Rameklaboratoriet Heimdal	Heimdal	NO
University of Ljubljana	Domzale	SI
Valio Oy, Regional laboratory	Seinäjoki	FI



**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

September 2019

Raw Milk

**Determination of LACTOSE CONTENT
Routine method**

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org



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

Nb	%	N°	d	Sd	D	Method
1	4	6	+ 0,007	0,007	0,010	IR
2	8	23	- 0,002	0,010	0,010	IR
3	12	22	- 0,003	0,010	0,010	IR
4	15	18	+ 0,006	0,015	0,016	IR
5	19	16	- 0,005	0,016	0,017	IR
6	23	14	+ 0,019	0,005	0,019	IR
7	27	25	- 0,016	0,012	0,020	IR
8	31	3	+ 0,021	0,010	0,024	IR
9	35	2	- 0,016	0,020	0,026	IR
10	38	12	- 0,002	0,035	0,035	IR
11	42	21	+ 0,040	0,015	0,043	IR
12	46	4	- 0,042	0,025	0,049	IR
13	50	13	- 0,050	0,007	0,051	IR
14	54	7	+ 0,055	0,008	0,056	IR
15	58	24	- 0,061	0,007	0,062	IR
16	62	26	- 0,065	0,022	0,069	IR
17	65	9	+ 0,070	0,031	0,076	IR
18	69	10	+ 0,083	0,026	0,087	IR
19	73	11	+ 0,101	0,023	0,104	IR
20	77	8	- 0,113	0,020	0,115	IR
21	81	19	+ 0,154	0,037	0,158	IR
22	85	17	- 0,161	0,026	0,163	IR
23	88	5	- 0,164	0,033	0,167	IR
24	92	1	- 0,012	0,171	0,172	IR
25	96	15	- 0,093	0,184	0,206	IR
26	100	20	+ 0,227	0,056	0,233	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 :

—
+/- 0.100 g / 100 g for 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 26 sets of results send by 26 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 %)

Sr_{PT} 0,009

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

SR_{PT} 1,000

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	0,000	0,010	0,010	0,010	0,010	0,020	0,000	0,010	0,007	20
2	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,030	0,010	0,000	0,009	20
3	0,021	0,000	0,000	0,011	0,000	0,011	0,000	0,010	0,000	0,000	0,006	20
4	0,030	0,060 *	0,030	0,040	0,020	0,020	0,020	0,020	0,040 *	0,030	0,024	20
5	0,030	0,030 *	0,030	0,030	0,020	0,030	0,010	0,030	0,010	0,030	0,019	20
6	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
7	0,010	0,010	0,000	0,000	0,011	0,011	0,010	0,000	0,000	0,000	0,005	20
8	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
9	0,004	0,000	0,001	0,003	0,003	0,001	0,000	0,000	0,001	0,001	0,001	20
10	0,020	0,010	0,020	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,007	20
11	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,020	0,010	0,000	0,000	0,000	0,006	20
12	0,010	0,010	0,0	0,010	0,020	0,010	0,020	0,010	0,000	0,000	0,0	20
13	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,020	0,010	0,000	0,000	0,006	20
14	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,005	20
15	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,005	20
16	0,030	0,040 *	0,040 *	0,040	0,030	0,040 *	0,030	0,070 *	0,070 *	0,030	0,031	20
17	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,010	0,010	0,000	0,010	0,000	0,005	20
18	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,002	20
19	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	20
20	0,010	0,010	0,010	0,020	0,010	0,020	0,010	0,000	0,000	0,010	0,008	20
21	0,002	0,001	0,002	0,004	0,001	0,004	0,003	0,006	0,001	0,001	0,002	20
22	0,010	0,011	0,011	0,010	0,011	0,000	0,010	0,010	0,010	0,011	0,007	20
23	0,010	0,011	0,011	0,010	0,011	0,000	0,000	0,010	0,010	0,011	0,007	20
24	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,010	0,000	0,004	20
25	0,000	0,000	0,000	0,020	0,010	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,005	20
26	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,010	0,000	0,000	0,004	20
Sr	0,009	0,012	0,01	0,011	0,008	0,010	0,008	0,013	0,012	0,008		520
NE	52	52	52	52	52	52	52	52	52	52		
L	0,039	0,022	0,032	0,043	0,031	0,033	0,032	0,034	0,016	0,032		

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	4,820	4,855	4,890	4,895	4,915	4,845	4,875	4,890	4,900	4,965
2	5,155	5,075	5,015	4,940	4,860	4,825	4,795	4,755	4,725	4,670
3	5,176	5,113	5,039	4,971	4,902	4,866	4,829	4,792	4,755	4,745
4	5,135	5,060	4,995	4,920	4,840	4,800	4,750	4,720	4,670	4,665
5	4,985	4,945	4,865	4,805	4,740	4,635	4,675	4,625	4,545	4,515
6	5,140	5,085	5,020	4,960	4,890	4,855	4,820	4,780	4,750	4,740
7	5,203	5,140	5,061	5,009	4,941	4,899	4,867	4,830	4,788	4,788
8	5,045	4,985	4,910	4,840	4,770	4,740	4,700	4,660	4,620	4,570
9	5,262	5,183	5,108	5,027	4,945	4,912	4,867	4,820	4,775	4,773
10	5,190	5,115	5,130	5,060	4,980	4,940	4,900	4,860	4,820	4,810
11	5,225	5,160	5,090	5,035	4,970	4,960	4,935	4,910	4,890	4,810
12	5,195	5,115	5,0	4,965	4,880	4,835	4,790	4,745	4,700	4,690
13	5,090	5,030	4,965	4,900	4,825	4,795	4,760	4,725	4,690	4,690
14	5,160	5,095	5,030	4,970	4,895	4,865	4,830	4,795	4,765	4,755
15	4,715 *	4,750	4,795	4,840	4,865	4,745	4,785	4,820	4,850	4,880
16	5,155	5,090	5,020	4,950	4,875	4,840	4,805	4,765	4,725	4,695
17	5,020	4,945	4,870	4,795	4,720	4,685	4,645	4,600	4,565	4,520
18	5,165	5,100	5,030	4,960	4,890	4,850	4,810	4,770	4,730	4,730
19	5,355	5,270	5,195	5,120	5,030	4,990	4,950	4,910	4,870	4,820
20	5,455	5,365	5,285	5,200	5,105	5,060	5,015	4,970	4,920	4,865
21	5,197	5,130	5,056	4,993	4,926	4,892	4,854	4,813	4,779	4,735
22	5,150	5,087	5,014	4,951	4,877	4,841	4,804	4,772	4,730	4,720
23	5,150	5,087	5,014	4,951	4,877	4,841	4,809	4,772	4,730	4,720
24	5,080	5,015	4,950	4,885	4,820	4,790	4,745	4,720	4,675	4,680
25	5,130	5,060	5,000	4,930	4,865	4,830	4,800	4,775	4,740	4,680
26	5,040	4,980	4,945	4,870	4,810	4,785	4,765	4,735	4,710	4,680
M	5,147	5,071	5,013	4,952	4,885	4,843	4,815	4,782	4,747	4,727
REF.	5,147	5,072	5,009	4,947	4,882	4,843	4,813	4,782	4,749	4,730
SD	0,120	0,121	0,104	0,092	0,083	0,090	0,082	0,085	0,093	0,102

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 26 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		4;5;16	16			16		16	4;16	
Outlier Grubbs	15									
sr	0,010	0,005	0,008	0,011	0,008	0,008	0,008	0,008	0,004	0,008
SR	0,121	0,126	0,106	0,092	0,084	0,092	0,083	0,087	0,096	0,102

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	- 0,327	- 0,217	- 0,119	- 0,052	+ 0,033	+ 0,002	+ 0,062	+ 0,108	+ 0,151	+ 0,235	- 0,012	0,171	0,23
2	+ 0,008	+ 0,003	+ 0,006	- 0,007	- 0,022	- 0,018	- 0,018	- 0,027	- 0,024	- 0,060	- 0,016	0,020	2,48
3	+ 0,029	+ 0,041	+ 0,030	+ 0,024	+ 0,020	+ 0,023	+ 0,016	+ 0,010	+ 0,006	+ 0,015	+ 0,021	0,010	6,55
4	- 0,012	- 0,012	- 0,014	- 0,027	- 0,042	- 0,043	- 0,063	- 0,062	- 0,079	- 0,065	- 0,042	0,025	5,32
5	- 0,162	- 0,127	- 0,144	- 0,142	- 0,142	- 0,208	- 0,138	- 0,157	- 0,204	- 0,215	- 0,164	0,033	15,90
6	- 0,007	+ 0,013	+ 0,011	+ 0,013	+ 0,008	+ 0,012	+ 0,007	- 0,002	+ 0,001	+ 0,010	+ 0,007	0,007	3,07
7	+ 0,056	+ 0,068	+ 0,052	+ 0,062	+ 0,058	+ 0,056	+ 0,054	+ 0,048	+ 0,039	+ 0,058	+ 0,055	0,008	22,14
8	- 0,102	- 0,087	- 0,099	- 0,107	- 0,112	- 0,103	- 0,113	- 0,122	- 0,129	- 0,160	- 0,113	0,020	17,74
9	+ 0,115	+ 0,111	+ 0,098	+ 0,080	+ 0,062	+ 0,069	+ 0,054	+ 0,038	+ 0,025	+ 0,043	+ 0,070	0,031	7,07
10	+ 0,043	+ 0,043	+ 0,121	+ 0,113	+ 0,098	+ 0,097	+ 0,087	+ 0,078	+ 0,071	+ 0,080	+ 0,083	0,026	10,07
11	+ 0,078	+ 0,088	+ 0,081	+ 0,088	+ 0,088	+ 0,117	+ 0,122	+ 0,128	+ 0,141	+ 0,080	+ 0,101	0,023	13,72
12	+ 0,048	+ 0,043	+ 0,0	+ 0,018	- 0,002	- 0,008	- 0,023	- 0,037	- 0,049	- 0,040	- 0,00	0,035	0,21
13	- 0,057	- 0,042	- 0,044	- 0,047	- 0,057	- 0,048	- 0,053	- 0,057	- 0,059	- 0,040	- 0,050	0,007	22,50
14	+ 0,013	+ 0,023	+ 0,021	+ 0,023	+ 0,013	+ 0,022	+ 0,017	+ 0,013	+ 0,016	+ 0,025	+ 0,019	0,005	12,46
15	- 0,432	- 0,322	- 0,214	- 0,107	- 0,017	- 0,098	- 0,028	+ 0,038	+ 0,101	+ 0,150	- 0,093	0,184	1,59
16	+ 0,008	+ 0,018	+ 0,011	+ 0,003	- 0,007	- 0,003	- 0,008	- 0,017	- 0,024	- 0,035	- 0,005	0,016	1,02
17	- 0,127	- 0,127	- 0,139	- 0,152	- 0,162	- 0,158	- 0,168	- 0,182	- 0,184	- 0,210	- 0,161	0,026	19,20
18	+ 0,018	+ 0,028	+ 0,021	+ 0,013	+ 0,008	+ 0,007	- 0,003	- 0,012	- 0,019	+ 0,000	+ 0,006	0,015	1,32
19	+ 0,208	+ 0,198	+ 0,186	+ 0,173	+ 0,148	+ 0,147	+ 0,137	+ 0,128	+ 0,121	+ 0,090	+ 0,154	0,037	13,05
20	+ 0,308	+ 0,293	+ 0,276	+ 0,253	+ 0,223	+ 0,217	+ 0,202	+ 0,188	+ 0,171	+ 0,135	+ 0,227	0,056	12,88
21	+ 0,050	+ 0,057	+ 0,047	+ 0,046	+ 0,043	+ 0,049	+ 0,041	+ 0,031	+ 0,029	+ 0,005	+ 0,040	0,015	8,40
22	+ 0,004	+ 0,015	+ 0,005	+ 0,004	- 0,005	- 0,002	- 0,009	- 0,010	- 0,019	- 0,010	- 0,003	0,010	0,88
23	+ 0,004	+ 0,015	+ 0,005	+ 0,004	- 0,005	- 0,002	- 0,004	- 0,010	- 0,019	- 0,010	- 0,002	0,010	0,73
24	- 0,067	- 0,057	- 0,059	- 0,062	- 0,062	- 0,053	- 0,068	- 0,062	- 0,074	- 0,050	- 0,061	0,007	27,02
25	- 0,017	- 0,012	- 0,009	- 0,017	- 0,017	- 0,013	- 0,013	- 0,007	- 0,009	- 0,050	- 0,016	0,012	4,20
26	- 0,107	- 0,092	- 0,064	- 0,077	- 0,072	- 0,058	- 0,048	- 0,047	- 0,039	- 0,050	- 0,065	0,022	9,53
d	+ 0,001	- 0,002	+ 0,003	+ 0,005	+ 0,003	+ 0,000	+ 0,002	- 0,000	- 0,002	- 0,003	- 0,001	0,100	
Sd	0,120	0,121	0,104	0,092	0,083	0,090	0,082	0,085	0,093	0,102	0,098		

d = mean of differences Sd = standard deviation of differences t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = \pm 0.100 \text{ g / 100g}$ 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	-2,71	-1,80	-1,15	-0,57	+0,39	+0,03	+0,76	+1,27	+1,61	+2,31
2	+0,07	+0,02	+0,06	-0,08	-0,27	-0,20	-0,21	-0,32	-0,26	-0,59
3	+0,24	+0,34	+0,29	+0,26	+0,24	+0,25	+0,20	+0,12	+0,06	+0,15
4	-0,10	-0,10	-0,14	-0,29	-0,51	-0,47	-0,76	-0,73	-0,85	-0,64
5	-1,34	-1,05	-1,39	-1,55	-1,70	-2,31	-1,67	-1,85	-2,18	-2,11
6	-0,05	+0,11	+0,11	+0,14	+0,09	+0,14	+0,09	-0,02	+0,01	+0,10
7	+0,47	+0,56	+0,50	+0,68	+0,70	+0,62	+0,66	+0,56	+0,42	+0,57
8	-0,84	-0,72	-0,96	-1,17	-1,35	-1,14	-1,37	-1,44	-1,38	-1,57
9	+0,96	+0,92	+0,95	+0,87	+0,75	+0,77	+0,66	+0,45	+0,27	+0,42
10	+0,36	+0,35	+1,17	+1,23	+1,17	+1,08	+1,06	+0,92	+0,76	+0,79
11	+0,65	+0,73	+0,78	+0,96	+1,05	+1,30	+1,49	+1,50	+1,51	+0,79
12	+0,40	+0,35	+0	+0,20	-0,03	-0,08	-0,28	-0,44	-0,53	-0,39
13	-0,47	-0,35	-0,43	-0,51	-0,69	-0,53	-0,64	-0,67	-0,63	-0,39
14	+0,11	+0,19	+0,20	+0,25	+0,15	+0,25	+0,21	+0,15	+0,17	+0,25
15	-3,58	-2,67	-2,07	-1,17	-0,21	-1,08	-0,34	+0,45	+1,08	+1,48
16	+0,07	+0,15	+0,11	+0,03	-0,09	-0,03	-0,09	-0,20	-0,26	-0,34
17	-1,05	-1,05	-1,34	-1,66	-1,94	-1,75	-2,04	-2,14	-1,97	-2,06
18	+0,15	+0,23	+0,20	+0,14	+0,09	+0,08	-0,03	-0,14	-0,20	+0,00
19	+1,73	+1,64	+1,79	+1,89	+1,77	+1,64	+1,67	+1,50	+1,29	+0,89
20	+2,56	+2,42	+2,66	+2,76	+2,67	+2,42	+2,46	+2,21	+1,83	+1,33
21	+0,42	+0,47	+0,45	+0,50	+0,52	+0,55	+0,50	+0,36	+0,31	+0,05
22	+0,03	+0,13	+0,05	+0,04	-0,06	-0,02	-0,11	-0,12	-0,20	-0,10
23	+0,03	+0,13	+0,05	+0,04	-0,06	-0,02	-0,04	-0,12	-0,20	-0,10
24	-0,55	-0,47	-0,57	-0,68	-0,75	-0,58	-0,82	-0,73	-0,79	-0,49
25	-0,14	-0,10	-0,09	-0,18	-0,21	-0,14	-0,15	-0,08	-0,10	-0,49
26	-0,88	-0,76	-0,62	-0,84	-0,87	-0,64	-0,58	-0,55	-0,42	-0,49

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

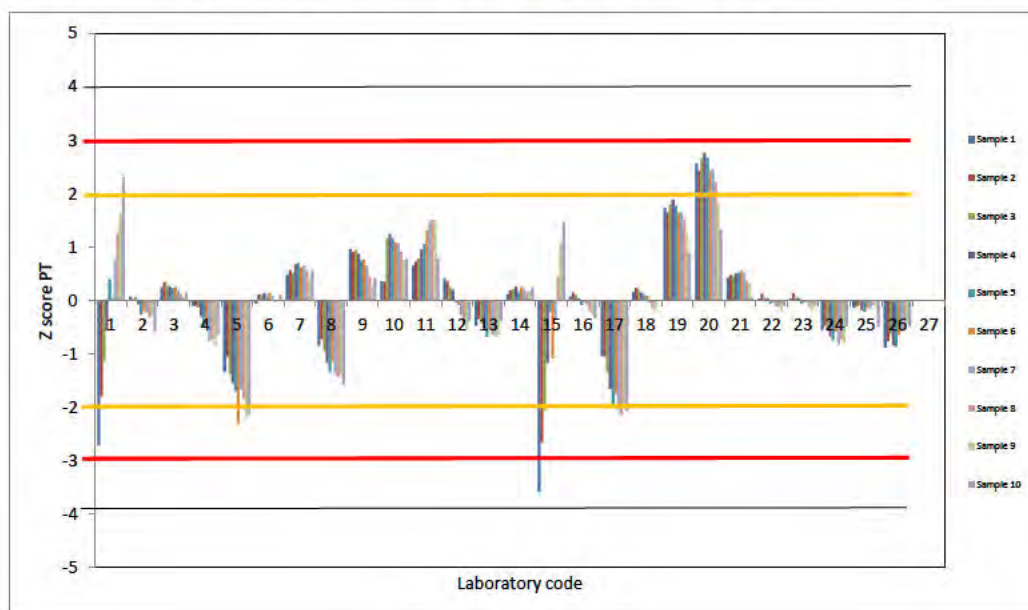


Table VII : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the standard deviation of reproducibility of the method

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	-8,16	-5,43	-2,98	-1,30	+0,82	+0,06	+1,56	+2,70	+3,77	+5,88
2	+0,21	+0,07	+0,15	-0,17	-0,55	-0,44	-0,44	-0,68	-0,60	-1,49
3	+0,72	+1,02	+0,75	+0,59	+0,50	+0,57	+0,41	+0,25	+0,15	+0,38
4	-0,29	-0,30	-0,35	-0,67	-1,05	-1,07	-1,57	-1,55	-1,98	-1,62
5	-4,04	-3,18	-3,60	-3,55	-3,55	-5,19	-3,44	-3,93	-5,10	-5,37
6	-0,16	+0,32	+0,27	+0,33	+0,20	+0,31	+0,18	-0,05	+0,02	+0,26
7	+1,41	+1,70	+1,30	+1,55	+1,46	+1,40	+1,36	+1,20	+0,97	+1,46
8	-2,54	-2,18	-2,48	-2,67	-2,80	-2,57	-2,82	-3,05	-3,23	-3,99
9	+2,89	+2,77	+2,46	+1,99	+1,56	+1,72	+1,36	+0,95	+0,64	+1,07
10	+1,09	+1,07	+3,02	+2,83	+2,45	+2,43	+2,18	+1,95	+1,77	+2,01
11	+1,96	+2,20	+2,02	+2,20	+2,20	+2,93	+3,06	+3,20	+3,52	+2,01
12	+1,21	+1,07	+1	+0,45	-0,05	-0,19	-0,57	-0,93	-1,23	-0,99
13	-1,41	-1,05	-1,10	-1,17	-1,43	-1,19	-1,32	-1,43	-1,48	-0,99
14	+0,34	+0,57	+0,52	+0,58	+0,32	+0,56	+0,43	+0,32	+0,40	+0,63
15	-10,79	-8,05	-5,35	-2,67	-0,43	-2,44	-0,69	+0,95	+2,52	+3,76
16	+0,21	+0,45	+0,27	+0,08	-0,18	-0,07	-0,19	-0,43	-0,60	-0,87
17	-3,16	-3,18	-3,48	-3,80	-4,05	-3,94	-4,19	-4,55	-4,60	-5,24
18	+0,46	+0,70	+0,52	+0,33	+0,20	+0,18	-0,07	-0,30	-0,48	+0,01
19	+5,21	+4,95	+4,65	+4,33	+3,70	+3,68	+3,43	+3,20	+3,02	+2,26
20	+7,71	+7,32	+6,90	+6,33	+5,57	+5,43	+5,06	+4,70	+4,27	+3,38
21	+1,26	+1,43	+1,17	+1,15	+1,08	+1,23	+1,02	+0,77	+0,74	+0,12
22	+0,09	+0,38	+0,12	+0,10	-0,12	-0,05	-0,22	-0,25	-0,47	-0,25
23	+0,09	+0,38	+0,12	+0,10	-0,12	-0,05	-0,09	-0,25	-0,47	-0,25
24	-1,66	-1,43	-1,48	-1,55	-1,55	-1,32	-1,69	-1,55	-1,85	-1,24
25	-0,41	-0,30	-0,23	-0,42	-0,43	-0,32	-0,32	-0,18	-0,23	-1,24
26	-2,66	-2,30	-1,60	-1,92	-1,80	-1,44	-1,19	-1,18	-0,98	-1,24

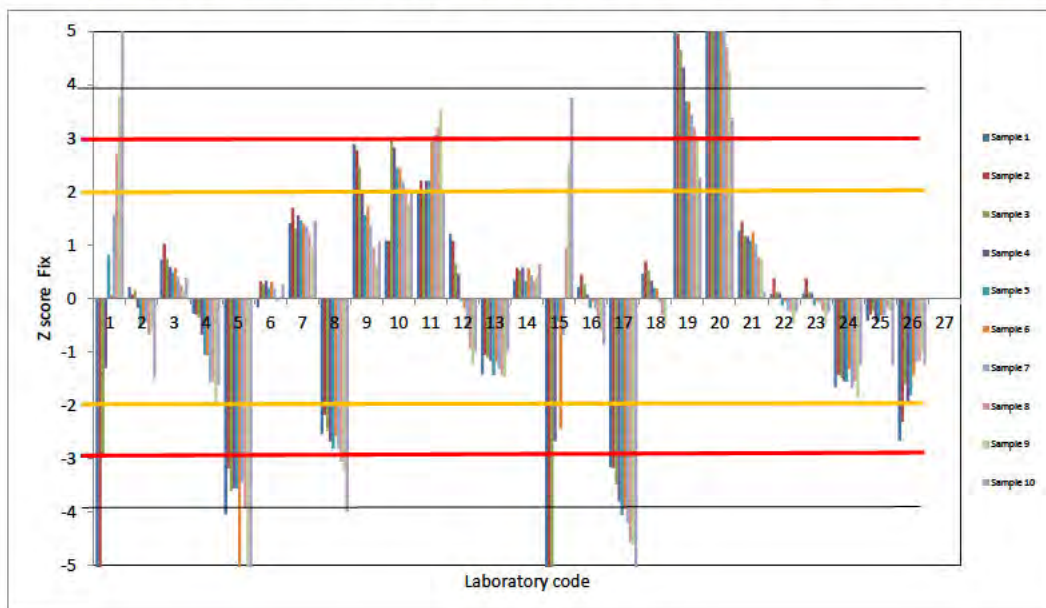
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=0,040

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



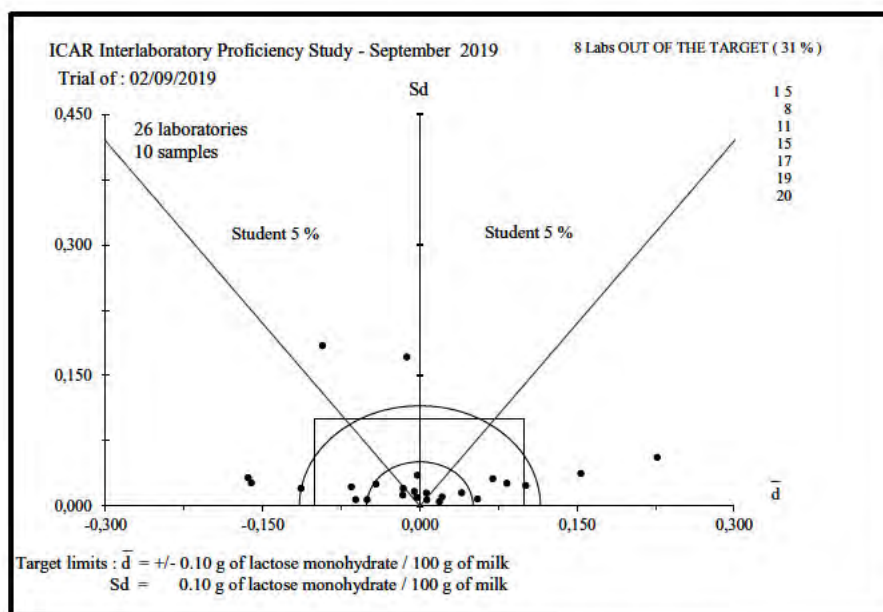


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

**LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST**

RAW MILK

**Lactose Routine method
September 2019**

Name	City	Country
AO Agroplen	Moskow	RU
Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte (LSL-AIA)	Maccaresse	IT
Central Milk Lab ICBA	Caesarea	Israel
CIS	Telford, Shropshire	GB
Council of Agriculture	Hsinhua District, Tainan	TW
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jonkoping	SE
Eurofins Steins Laboratorium A/S	Vejlen	DK
Instituto Nacional de Tecnologia Industrial (INTI)	Rafaela (Santa Fe)	AR
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka	Novi Sad	CS
Merieux NutriSciences	Midrand	ZA
Mérieux NutriSciences Cape Town	Cape Town	ZA
Plemenárske služby SR, š.p., Centrálné laboratórium rozboru mlieka	Zlina	SK
Suisselab AG	Zollikofen	CH
Tine Ramelklaboratoriet Heimdal	Heimdal	NO
University of Ljubljana	Domzale	SI
Valio Oy, Regional laboratory	Seinäjoki	FI



**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

September 2019

Raw Milk

**Determination of UREA CONTENT
Routine method**

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)		
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	5	- 0,45	0,98	1,08
2	8	14	+ 0,64	0,94	1,13
3	13	18	- 1,07	0,71	1,28
4	17	22	+ 1,31	0,56	1,42
5	21	9	- 1,51	0,34	1,55
6	25	2	- 0,70	1,56	1,71
7	29	17	+ 2,03	0,94	2,24
8	33	7	- 2,27	1,01	2,49
9	38	13	+ 0,32	2,52	2,54
10	42	4	+ 1,41	2,39	2,78
11	46	8	+ 2,81	0,69	2,89
12	50	21	+ 2,70	1,18	2,95
13	54	6	- 2,86	0,71	2,95
14	58	15	- 3,79	1,46	4,06
15	63	11	+ 4,63	0,70	4,68
16	67	3	- 4,48	1,57	4,75
17	71	10	+ 4,88	2,27	5,38
18	75	16	- 5,36	0,67	5,41
19	79	19	- 6,56	2,80	7,14
20	83	23	+ 6,71	3,64	7,64
21	88	1	+ 8,11	1,59	8,26
22	92	20	- 8,76	1,21	8,85
23	96	12	+ 8,78	3,34	9,39
24	100	24	- 11,28	8,22	13,95

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 :

$$\pm 2,50 \text{ mg / 100 g for d and } 1,50 \text{ mg / 100 g for Sd}$$

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 24 sets of results send by 30 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 %)

Sr_{PT} 1,02

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

SR_{PT} 5,25

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	0,00	1,03	2,06	0,00	1,03	0,00	1,03	1,03	0,00	1,03	0,69	20
2	0,12	2,41	1,44	0,72	1,56	1,02	0,42	0,30	1,44	0,18	0,84	20
3	1,45	1,79	1,97	1,72	3,63	1,57	1,47	3,27	2,70	2,29	1,63	20
4	0,00	1,03	1,03	0,00	4,12	0,00	2,06	2,06	1,03	2,06	1,28	20
5	1,00	0,50	1,10	1,10	0,30	1,40	3,10	2,20	3,70	2,20	1,39	20
6	0,00	2,00	2,00	0,00	0,00	0,00	2,00	2,00	0,00	3,00	1,12	20
7	0,00	1,40	0,60	0,20	0,30	0,10	0,60	0,60	0,40	0,40	0,42	20
8	0,50	0,10	1,10	0,00	1,00	1,00	0,10	0,50	0,10	1,20	0,51	20
9	0,60	0,40	1,50	0,60	0,80	0,80	0,00	1,90	0,00	0,20	0,64	20
10	2,90 *	1,00	4,10	2,00	1,10	3,00	1,10	3,40	5,50 *	2,60	2,12	20
11	1,60	0,90	1,50	2,30	0,10	0,90	0,30	0,50	1,50	0,80	0,87	20
12	0,80	0,20	0,20	0,50	0,30	0,60	0,30	1,10	1,50	2,10	0,69	20
13	0,60	1,80	1,80	1,20	0,60	0,00	0,00	1,80	2,40	0,00	0,94	20
14	2,00	3,00	0,00	1,00	0,00	1,00	3,00	3,00	1,00	1,00	1,32	20
15	0,60	**	1,30	1,10	**	1,50	1,10	**	0,30	0,70	0,72	14
16	0,30	2,40	1,40	2,60	1,60	5,60 *	1,10	0,80	1,20	2,00	1,67	20
17	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	2,06	3,09	2,06	0,00	1,11	20
18	4,00 *	1,60	1,40	2,80	1,40	2,20	1,40	0,40	0,50	1,10	1,39	20
19	0,40	1,50	1,40	0,50	2,50	1,30	0,20	1,80	1,30	0,50	0,94	20
20	0,20	1,00	0,30	0,50	0,40	1,00	0,10	1,30	0,90	0,90	0,54	20
21	0,19	0,97	0,19	0,19	1,46	2,04	0,29	1,55	1,75	2,52	0,98	20
22	0,49	0,39	1,36	1,36	3,69	1,65	1,36	1,26	0,97	2,04	1,20	20
23	0,10	0,70	0,50	2,40	1,10	0,30	0,60	0,00	0,40	0,60	0,66	20
24	0,00	0,00	0,58	0,58	1,16	0,58	0,58	0,00	0,00	0,00	0,37	20
Sr	0,89	1,00	1,06	0,94	1,21	1,19	0,95	1,27	1,28	1,09		474
NE	48	46	48	48	46	48	48	46	48	48		
L	2,20	4,03	4,30	3,81	4,89	3,59	3,85	5,11	4,13	4,40		

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

Sample Lab code	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	48,41	55,11	44,29	40,17	70,56	59,74	34,51	30,39	65,92	22,15
2	41,74	43,97	35,86	30,81	57,18	49,46	29,70	23,69	54,17	16,55
3	39,03	41,93	32,82	27,79	56,89	43,69	22,27	16,92	53,55	10,49
4	43,26	46,87	38,63	35,02	57,68	50,47	29,87	26,78	54,08	21,63
5	41,40	46,45	36,95	30,85	60,45	49,30	25,95	23,90	55,45	14,90
6	40,00	43,00	34,00	29,00	56,00	48,00	24,00	20,00	54,00	13,50
7	39,80	45,30	33,90	28,90	58,75	48,55	24,10	18,70	53,40	16,00
8	43,45	48,95	39,35	35,70	62,10	53,90	29,65	25,95	58,95	20,20
9	40,90	45,00	35,05	30,10	58,90	48,90	25,80	20,75	54,10	15,50
10	47,35	48,60	42,75	34,40	65,15	58,90	31,45	24,30	60,85	25,20
11	45,60	49,55	41,45	37,35	65,35	55,15	32,75	27,55	60,15	21,50
12	51,50	57,10	46,00	38,85	74,35	61,90	33,55	27,75	66,75	20,15
13	41,10	45,30	38,10	33,00	56,70	48,60	30,00	24,90	54,00	21,60
14	43,00	47,50	37,00	32,50	60,00	51,50	27,50	24,50	54,50	18,50
15	38,30	42,20	33,25	27,55	59,00	47,65	22,55	18,20	53,25	10,25
16	36,45	41,00	30,60	25,80	53,90	45,20	22,45	17,10	51,20	12,80
17	42,75	47,90	38,63	35,54	61,29	53,05	28,84	26,27	57,68	18,54
18	41,10	45,60	36,60	30,60	58,60	49,50	25,20	22,20	53,65	16,35
19	34,10	40,95	30,30	23,75	57,45	47,45	18,20	11,50	52,15	8,65
20	32,40	37,20	27,35	24,05	50,40	40,90	18,95	14,05	46,15	11,05
21	44,95	50,78	37,77	34,56	63,54	53,64	29,56	26,60	57,96	17,77
22	43,45	47,77	37,57	33,20	60,78	51,60	29,51	24,51	56,41	18,40
23	49,65	54,45	43,05	37,80	71,95	59,95	31,90	24,60	66,50	17,40
24	29,01	30,76	26,40	24,66	37,14 *	32,79	22,92	20,31	34,82 *	18,57
M	41,61	45,97	36,57	31,75	60,74	50,41	27,13	22,56	56,30	16,98
REF.	41,82	46,10	36,67	31,73	60,20	50,71	27,25	22,79	55,89	16,99
SD	5,24	5,69	5,02	4,72	5,70	6,41	4,51	4,67	5,05	4,26

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 24 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	10;18					16			10	
Outlier									24	
Grubbs										
sr	0,55	1,00	1,06	0,94	1,23	0,89	0,95	1,27	1,05	1,09
SR	5,35	5,80	5,07	4,77	5,88	6,48	4,56	4,76	5,12	4,33

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	+ 6,59	+ 9,00	+ 7,62	+ 8,44	+ 10,36	+ 9,03	+ 7,26	+ 7,60	+ 10,03	+ 5,15	+ 8,11	1,59	16,12
2	- 0,08	- 2,14	- 0,81	- 0,92	- 3,02	- 1,25	+ 2,45	+ 0,90	- 1,72	- 0,44	- 0,70	1,56	1,42
3	- 2,79	- 4,18	- 3,86	- 3,94	- 3,31	- 7,02	- 4,98	- 5,87	- 2,34	- 6,51	- 4,48	1,57	9,00
4	+ 1,44	+ 0,76	+ 1,95	+ 3,29	- 2,52	- 0,24	+ 2,62	+ 3,99	- 1,81	+ 4,64	+ 1,41	2,39	1,87
5	- 0,42	+ 0,35	+ 0,28	- 0,88	+ 0,25	- 1,41	- 1,30	+ 1,11	- 0,44	- 2,09	- 0,45	0,98	1,47
6	- 1,82	- 3,10	- 2,67	- 2,73	- 4,20	- 2,71	- 3,25	- 2,79	- 1,89	- 3,49	- 2,86	0,71	12,79
7	- 2,02	- 0,80	- 2,77	- 2,83	- 1,45	- 2,16	- 3,15	- 4,09	- 2,49	- 0,99	- 2,27	1,01	7,10
8	+ 1,63	+ 2,85	+ 2,68	+ 3,97	+ 1,90	+ 3,19	+ 2,40	+ 3,16	+ 3,06	+ 3,21	+ 2,81	0,69	12,93
9	- 0,92	- 1,10	- 1,62	- 1,63	- 1,30	- 1,81	- 1,45	- 2,04	- 1,79	- 1,49	- 1,51	0,34	14,12
10	+ 5,53	+ 2,50	+ 6,08	+ 2,67	+ 4,95	+ 8,19	+ 4,20	+ 1,51	+ 4,96	+ 8,21	+ 4,88	2,27	6,81
11	+ 3,78	+ 3,45	+ 4,78	+ 5,62	+ 5,15	+ 4,44	+ 5,50	+ 4,76	+ 4,26	+ 4,51	+ 4,63	0,70	21,03
12	+ 9,68	+ 11,00	+ 9,33	+ 7,12	+ 14,15	+ 11,19	+ 6,30	+ 4,96	+ 10,86	+ 3,16	+ 8,78	3,34	8,32
13	- 0,72	- 0,80	+ 1,43	+ 1,27	- 3,50	- 2,11	+ 2,75	+ 2,11	- 1,89	+ 4,61	+ 0,32	2,52	0,40
14	+ 1,18	+ 1,40	+ 0,33	+ 0,77	- 0,20	+ 0,79	+ 0,25	+ 1,71	- 1,39	+ 1,51	+ 0,64	0,94	2,15
15	- 3,52	- 3,90	- 3,42	- 4,18	- 1,20	- 3,06	- 4,70	- 4,59	- 2,64	- 6,74	- 3,79	1,46	8,23
16	- 5,37	- 5,10	- 6,07	- 5,93	- 6,30	- 5,51	- 4,80	- 5,69	- 4,69	- 4,19	- 5,36	0,67	25,29
17	+ 0,93	+ 1,79	+ 1,95	+ 3,81	+ 1,09	+ 2,34	+ 1,59	+ 3,48	+ 1,79	+ 1,55	+ 2,03	0,94	6,82
18	- 0,72	- 0,50	- 0,07	- 1,13	- 1,60	- 1,21	- 2,05	- 0,59	- 2,24	- 0,64	- 1,07	0,71	4,81
19	- 7,72	- 5,15	- 6,37	- 7,98	- 2,75	- 3,26	- 9,05	- 11,29	- 3,74	- 8,34	- 6,56	2,80	7,42
20	- 9,42	- 8,90	- 9,32	- 7,68	- 9,80	- 9,81	- 8,30	- 8,74	- 9,74	- 5,94	- 8,76	1,21	22,86
21	+ 3,13	+ 4,68	+ 1,09	+ 2,83	+ 3,35	+ 2,94	+ 2,32	+ 3,82	+ 2,08	+ 0,78	+ 2,70	1,18	7,21
22	+ 1,63	+ 1,67	+ 0,90	+ 1,47	+ 0,58	+ 0,90	+ 2,27	+ 1,73	+ 0,52	+ 1,41	+ 1,31	0,56	7,34
23	+ 7,83	+ 8,35	+ 6,38	+ 6,07	+ 11,75	+ 9,24	+ 4,65	+ 1,81	+ 10,61	+ 0,41	+ 6,71	3,64	5,83
24	- 12,80	- 15,35	- 10,27	- 7,07	- 23,06	- 17,92	- 4,32	- 2,48	- 21,07	+ 1,58	- 11,28	8,22	4,34
d	- 0,21	- 0,13	- 0,10	+ 0,02	+ 0,54	- 0,30	- 0,11	- 0,23	+ 0,41	- 0,01	- 0,20	5,43	
Sd	5,24	5,69	5,02	4,72	5,70	6,41	4,51	4,67	5,05	4,26	5,16		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = \pm 2,50 \text{ mg / 100 g}$ 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	+1,26	+1,58	+1,52	+1,79	+1,82	+1,41	+1,61	+1,63	+1,99	+1,21
2	-0,02	-0,38	-0,16	-0,19	-0,53	-0,19	+0,54	+0,19	-0,34	-0,10
3	-0,53	-0,73	-0,77	-0,83	-0,58	-1,10	-1,10	-1,26	-0,46	-1,53
4	+0,27	+0,13	+0,39	+0,70	-0,44	-0,04	+0,58	+0,86	-0,36	+1,09
5	-0,08	+0,06	+0,06	-0,19	+0,04	-0,22	-0,29	+0,24	-0,09	-0,49
6	-0,35	-0,54	-0,53	-0,58	-0,74	-0,42	-0,72	-0,60	-0,37	-0,82
7	-0,38	-0,14	-0,55	-0,60	-0,25	-0,34	-0,70	-0,88	-0,49	-0,23
8	+0,31	+0,50	+0,53	+0,84	+0,33	+0,50	+0,53	+0,68	+0,61	+0,75
9	-0,18	-0,19	-0,32	-0,34	-0,23	-0,28	-0,32	-0,44	-0,35	-0,35
10	+1,05	+0,44	+1,21	+0,57	+0,87	+1,28	+0,93	+0,32	+0,98	+1,93
11	+0,72	+0,61	+0,95	+1,19	+0,90	+0,69	+1,22	+1,02	+0,84	+1,06
12	+1,85	+1,93	+1,86	+1,51	+2,48	+1,75	+1,40	+1,06	+2,15	+0,74
13	-0,14	-0,14	+0,28	+0,27	-0,61	-0,33	+0,61	+0,45	-0,37	+1,08
14	+0,23	+0,25	+0,07	+0,16	-0,03	+0,12	+0,06	+0,37	-0,27	+0,35
15	-0,67	-0,69	-0,68	-0,89	-0,21	-0,48	-1,04	-0,98	-0,52	-1,58
16	-1,02	-0,90	-1,21	-1,26	-1,11	-0,86	-1,06	-1,22	-0,93	-0,98
17	+0,18	+0,32	+0,39	+0,81	+0,19	+0,37	+0,35	+0,75	+0,36	+0,36
18	-0,14	-0,09	-0,01	-0,24	-0,28	-0,19	-0,45	-0,13	-0,44	-0,15
19	-1,47	-0,91	-1,27	-1,69	-0,48	-0,51	-2,00	-2,42	-0,74	-1,96
20	-1,80	-1,56	-1,86	-1,63	-1,72	-1,53	-1,84	-1,87	-1,93	-1,39
21	+0,60	+0,82	+0,22	+0,60	+0,59	+0,46	+0,51	+0,82	+0,41	+0,18
22	+0,31	+0,29	+0,18	+0,31	+0,10	+0,14	+0,50	+0,37	+0,10	+0,33
23	+1,49	+1,47	+1,27	+1,29	+2,06	+1,44	+1,03	+0,39	+2,10	+0,10
24	-2,44	-2,70	-2,05	-1,50	-4,05	-2,80	-0,96	-0,53	-4,17	+0,37

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	+3,64	+4,97	+4,21	+4,66	+5,72	+4,99	+4,01	+4,20	+5,54	+2,85
2	-0,04	-1,18	-0,45	-0,51	-1,67	-0,69	+1,36	+0,50	-0,95	-0,24
3	-1,54	-2,31	-2,13	-2,18	-1,83	-3,88	-2,75	-3,24	-1,29	-3,59
4	+0,80	+0,42	+1,08	+1,82	-1,39	-0,13	+1,45	+2,21	-1,00	+2,56
5	-0,23	+0,19	+0,15	-0,49	+0,14	-0,78	-0,72	+0,62	-0,24	-1,15
6	-1,00	-1,71	-1,48	-1,51	-2,32	-1,49	-1,79	-1,54	-1,04	-1,93
7	-1,12	-0,44	-1,53	-1,56	-0,80	-1,19	-1,74	-2,26	-1,37	-0,55
8	+0,90	+1,57	+1,48	+2,19	+1,05	+1,77	+1,33	+1,75	+1,69	+1,77
9	-0,51	-0,61	-0,90	-0,90	-0,72	-1,00	-0,80	-1,13	-0,99	-0,82
10	+3,06	+1,38	+3,36	+1,48	+2,74	+4,53	+2,32	+0,84	+2,74	+4,54
11	+2,09	+1,91	+2,64	+3,11	+2,85	+2,46	+3,04	+2,63	+2,36	+2,49
12	+5,35	+6,08	+5,15	+3,93	+7,82	+6,19	+3,48	+2,74	+6,00	+1,75
13	-0,40	-0,44	+0,79	+0,70	-1,93	-1,16	+1,52	+1,17	-1,04	+2,55
14	+0,65	+0,77	+0,18	+0,43	-0,11	+0,44	+0,14	+0,95	-0,77	+0,83
15	-1,94	-2,16	-1,89	-2,31	-0,66	-1,69	-2,59	-2,53	-1,46	-3,72
16	-2,97	-2,82	-3,35	-3,28	-3,48	-3,04	-2,65	-3,14	-2,59	-2,32
17	+0,51	+0,99	+1,08	+2,10	+0,60	+1,29	+0,88	+1,92	+0,99	+0,86
18	-0,40	-0,28	-0,04	-0,62	-0,88	-0,67	-1,13	-0,32	-1,24	-0,35
19	-4,26	-2,85	-3,52	-4,41	-1,52	-1,80	-5,00	-6,24	-2,06	-4,61
20	-5,20	-4,92	-5,15	-4,24	-5,41	-5,42	-4,58	-4,83	-5,38	-3,28
21	+1,73	+2,58	+0,60	+1,57	+1,85	+1,62	+1,28	+2,11	+1,15	+0,43
22	+0,90	+0,92	+0,50	+0,81	+0,32	+0,50	+1,25	+0,95	+0,29	+0,78
23	+4,33	+4,61	+3,52	+3,35	+6,49	+5,11	+2,57	+1,00	+5,86	+0,23
24	-7,07	-8,48	-5,67	-3,90	-12,74	-9,90	-2,39	-1,37	-11,64	+0,87

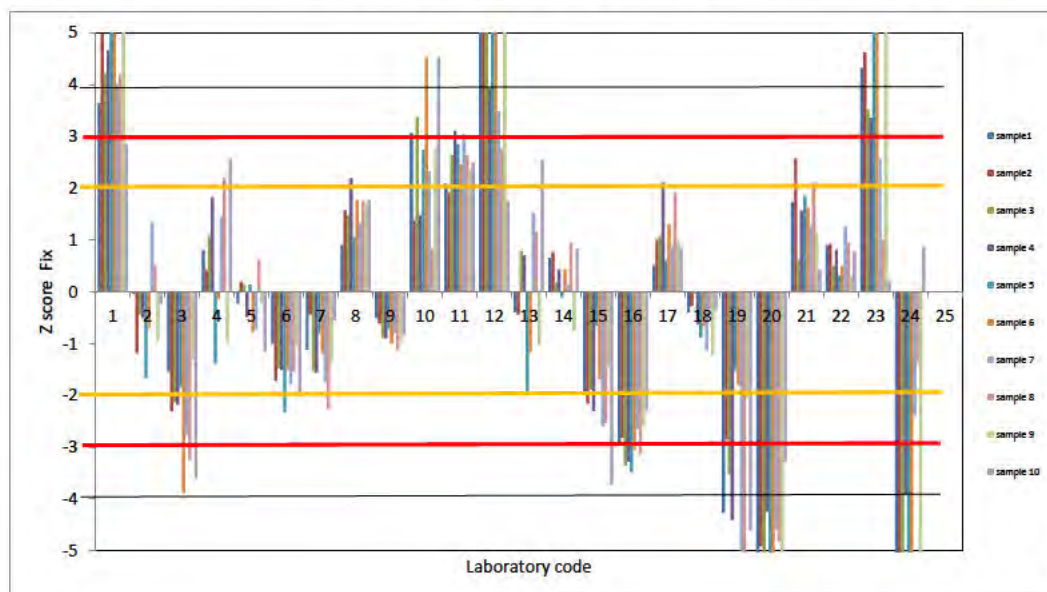
This table will allows to compare your ZSCORE from one PT to an other because the standard deviation has always the value of SR of the method SR=1,81

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



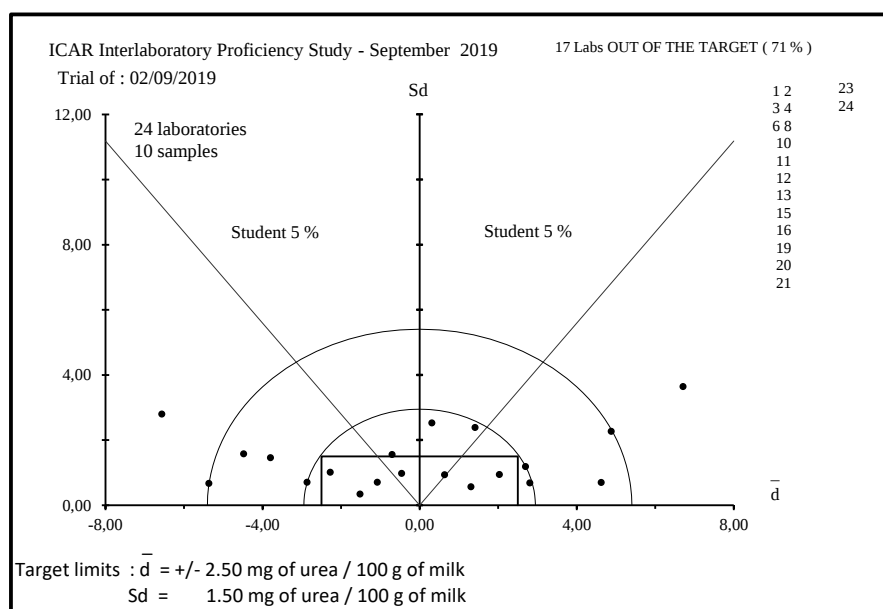


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
UreaRoutine method
September 2019

Name	City	Country
AO Agropfen	Moskow	RU
CIS	Telford	GB
COOPRINSEM	Osorno	CL
Council of Agriculture	Tainan	TW
Deltamune	Pretoria	ZA
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jonkoping	SE
Eurofins Steins Laboratorium A/S	Vejen	DK
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka	Novi Sad	CS
Merieux NutriSciences	Midrand	ZA
Mérieux NutriSciences Cape Town	Cape Town	ZA
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	FI
Plemenárske služby SR, š.p., Centrálné laboratórium rozboru mlieka	Zlina	SK
Suisselab AG	Zollikofen	CH
University of Ljubljana	Domzale	SI
Valio Oy, Regional laboratory	Seinajoki	FI



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

SEPTEMBER 2019

Cow Raw Milk

DETECTION of PAG (Pregnancy Associated Glycoproteins)

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org



Table I: Methods

N°	METHOD USED
1	IDEXX
2	IDEXX
3	IDEXX
4	IDEXX

Table II : Laboratory results

N°	41	42	43	44	45
1	Y	Y	N	Y	N
2	Y	Y	N	Y	N
3	Y	Y	N	Y	Y
4	Y	Y	N	Y	N
REF	Y	Y	N	Y	N

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

Table III :

SAMPLES	LACTATION STAGE	Date
41	Pregnant - Artificial insemination	16.03.2019
42	Pregnant - Artificial insemination	06.05.2019
43	Non pregnant	---
44	Pregnant - Artificial insemination	16.03.2019
45	Non pregnant	---

Table IV : Laboratory accuracy with respect to correct results

N°	41	42	43	44	45	FLR %
1	T	T	T	T	T	100
2	T	T	T	T	T	100
3	T	T	T	T	F	80
4	T	T	T	T	T	100
NSR	4	4	4	4	3	
NS	4	4	4	4	4	
FSR%	100	100	100	100	75	

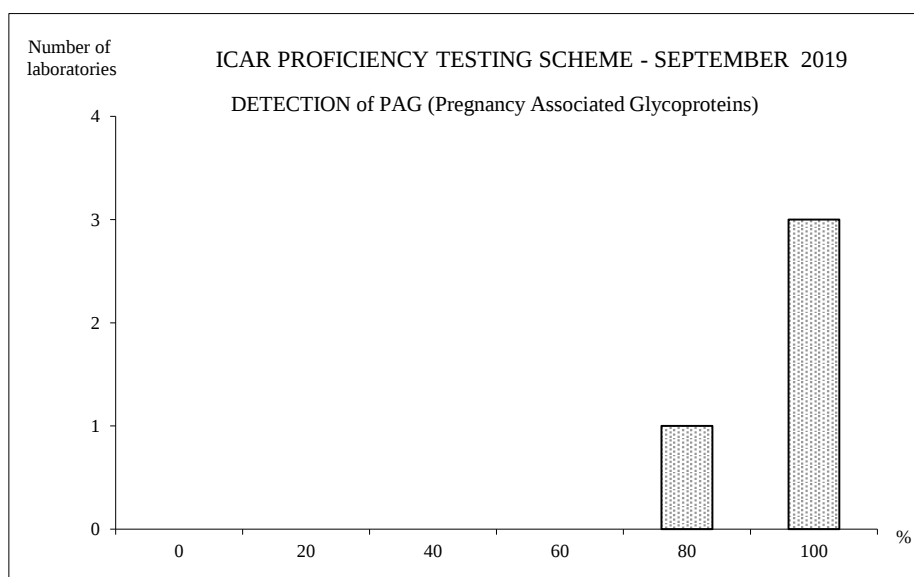
T : True F : False

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



LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
PAG
September 2019

Name	City	Country
Cattle Information Service (CIS)	Teiford	UK
Horizon Lab Ltd	Winnipeg	CA
Osuuskunta Satamaito, laboratorio	Pori	FI
Taiwan Livestock research Insitute	Taiwan 71246	TW



**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

SEPTEMBER 2019

Cow Raw Milk

MICROORGANISM DNA (PCR Method)

Sending date of statistical treatment : **3th October 2019**

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org



Table I: Methods

N°	METHOD USED
1	PCR Method
2	PCR Method
3	PCR Method
4	PCR Method
5	PCR Method
6	PCR Method
7	PCR Method
8	PCR Method
9	PCR Method

Table II : Laboratory results

N°	46	47	48	49	50
1	+	+	+	+	+
2	+	+	+	+	+
3	+	+	+	+	+
4	+	+	+	+	+
5	+	+	+	+	+
6	+	+	+	+	+
7	+	+	+	+	+
8	+	+	+	+	+

MICROORGANISM DNA	Staphylococci aureus	Klebsiella Oxytoca	Staphylococcus haemolyticus	Staphylococci aureus	Escherichia coli
CFU / ml	97.10 ³ CFU/ml	203.10 ³ CFU/ml	157.10 ³ CFU/ml	97.10 ³ CFU/ml	142.10 ³ CFU/ml
MICROORGANISM DNA	Escherichia coli				
CFU / ml	142.10 ³ CFU/ml				

Table III :

SAMPLES	STRAINS	LEVEL
46	Staphylococcus aureus	97.10 ³ CFU/ml
	Escherichia coli	142.10 ³ CFU/ml
47	Klebsiella Oxytoca	203.10 ³ CFU/ml
48	Staphylococcus haemolyticus	157.10 ³ CFU/ml
49	Staphylococcus aureus	157.10 ³ CFU/ml
50	Escherichia coli	142.10 ³ CFU/ml

Table IV : Laboratory accuracy with respect to correct results

N°	46	47	48	49	50	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
NSR	8	8	8	8	8	
NS	8	8	8	8	8	
FSR%	100	100	100	100	100	

T : True

F : False

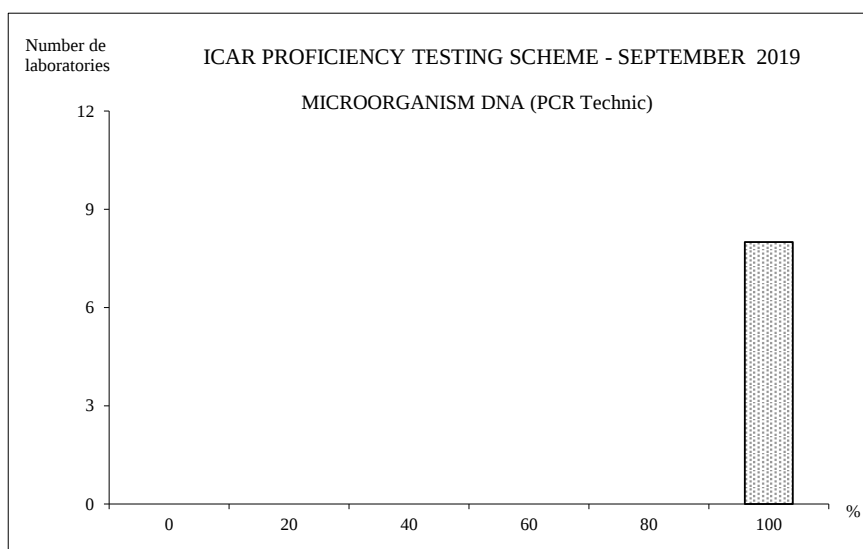
NSR : number of right answers per sample and criterion

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

ICAR Proficiency Test SEPTEMBER 2019



LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
D N A PCR technique
September 2019

Name	City	Country
DNA Diagnostic	Risskov	Denmark
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jönköping	Sweden
LVK	Hobro	Denmark
National Milk Laboratory	Wolverhampton	United Kingdom
NorthStar Cooperative	Grand Ledge	USA
Suisselab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock research Institute	Taiwan	Taiwan
Thermo Fisher Scientific Oy	Vantaa	Finland

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



**ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME**

September 2019

Raw Milk

BHB Beta-HydroxyButyrate

Sending date of statistical treatment : 1st October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org



Table I : **Ranking of the laboratories** Units : milimole of BHB / liter of milk

Nb	%	N°	d	Sd	D	Method
1	6	18	- 0,002	0,008	0,009	A
2	11	10	+ 0,011	0,009	0,014	A
3	17	4	- 0,013	0,010	0,017	A
4	22	1	- 0,014	0,011	0,017	A
5	28	6	+ 0,009	0,015	0,018	A
6	33	13	- 0,014	0,012	0,019	A
7	39	11	+ 0,012	0,016	0,020	A
8	44	17	- 0,017	0,023	0,028	A
9	50	12	+ 0,023	0,018	0,029	A
10	56	2	- 0,028	0,016	0,033	A
11	61	14	- 0,032	0,008	0,034	A
12	67	5	+ 0,035	0,007	0,035	A
13	72	7	+ 0,058	0,062	0,084	A
14	78	8	+ 0,058	0,062	0,084	A
15	83	9	+ 0,107	0,026	0,110	A
16	89	16	- 0,095	0,056	0,111	A
17	94	15	- 0,063	0,118	0,134	A
18	100	3	+ 0,134	0,023	0,136	B

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 :

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

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

REF : Assigned values are robust average values per sample according to algorithm A of standard ISO 13528, of 17 set of results send by 14 laboratories discarding using Grubbs test at 5 % risk level

A ISO 9622|IDF 141
B Continuous flow analyzer

(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))

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

Sr_{PT} 0,012

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

SR_{PT} 0,064

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	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	Sr	NL
1	0,000	0,010	0,000	0,020	0,020	0,020	0,020	0,010	0,010	0,000	0,010	20
2	0,017	0,020	0,008	0,001	0,002	0,012	0,023	0,025	0,024	0,014	0,012	20
3	0,000	0,010	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,010	0,000	0,004	20
4	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,007	20
5	0,010	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,020	0,010	0,005	20
6	0,000	0,003	0,001	0,004	0,000	0,018	0,011	0,007	0,019	0,002	0,007	20
7	0,010	0,060	0,030	0,010	0,010	0,030	0,000	0,000	0,020	0,030	0,019	20
8	0,010	0,060	0,030	0,010	0,010	0,030	0,000	0,000	0,020	0,030	0,019	20
9	**	**	**	**	**	**	**	**	**	**		
10	0,010	0,020	0,000	0,010	0,010	0,020	0,010	0,000	0,010	0,000	0,008	20
11	0,000	0,020	0,020	0,000	0,010	0,030	0,040	0,060 *	0,030	0,020	0,020	20
12	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,010	0,010	0,004	20
13	0,000	**	0,000	0,020	0,010	**	**	**	**	0,000	0,007	10
14	0,020	0,030	0,030	0,020	0,000	0,010	0,040	0,040	0,010	0,040	0,019	20
15	0,000	0,000	0,000	0,000	0,540 *	0,000	0,000	0,010	0,000	0,000	0,121	20
16	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	20
17	0,030	0,021	0,007	0,005	0,019	0,032	0,017	0,027	0,028	0,016	0,016	20
18	0,030	0,030	0,010	0,010	0,010	0,010	0,000	0,010	0,020	0,010	0,012	20
Sr	0,009	0,018	0,010	0,007	0,093	0,013	0,012	0,015	0,012	0,012		330
NE	34	32	34	34	34	32	32	32	32	34		
L	0,036	0,070	0,039	0,027	0,026	0,049	0,046	0,041	0,047	0,045		

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	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
1	0,030	0,125	0,080	0,100	0,070	0,260	0,170	0,205	0,235	0,160
2	0,018	0,116	0,054	0,097	0,039	0,254	0,156	0,199	0,228	0,131
3	0,160	0,275	0,215	0,250	0,190	0,420	0,330	0,365	0,395	0,310
4	0,045	0,115	0,105	0,115	0,075	0,255	0,165	0,195	0,215	0,155
5	0,095	0,180	0,130	0,150	0,110	0,300	0,220	0,250	0,280	0,205
6	0,066	0,173	0,102	0,108	0,093	0,294	0,191	0,218	0,254	0,169
7	0,095	0,130	0,155	0,175	0,205	0,215	0,250	0,290	0,290	0,345
8	0,095	0,130	0,155	0,175	0,205	0,215	0,250	0,290	0,290	0,345
9	0,130	0,230	0,190	0,230	0,170	0,410	0,300	0,340	0,370	0,270
10	0,065	0,160	0,110	0,135	0,085	0,280	0,195	0,230	0,255	0,170
11	0,080	0,170	0,100	0,130	0,105	0,305	0,190	0,210	0,245	0,160
12	0,110	0,170	0,140	0,160	0,120	0,255	0,200	0,220	0,235	0,195
13	0,050	0,140	0,080	0,110	0,065	0,270	0,160	0,200	0,220	0,140
14	0,020	0,105	0,075	0,080	0,060	0,225	0,160	0,190	0,195	0,140
15	0,050	0,070	0,060	0,060	0,330 *	0,080	0,070	0,075	0,080	0,070
16	0,050	0,060	0,050	0,060	0,050	0,080	0,070	0,070	0,070	0,060
17	0,045	0,140	0,053	0,092	0,054	0,285	0,162	0,192	0,249	0,139
18	0,055	0,135	0,105	0,115	0,075	0,265	0,190	0,205	0,250	0,155
M	0,070	0,146	0,109	0,130	0,104	0,259	0,190	0,219	0,242	0,184
REF.	0,063	0,139	0,101	0,121	0,091	0,258	0,185	0,213	0,241	0,163
SD	0,038	0,051	0,048	0,053	0,055	0,085	0,066	0,074	0,079	0,083

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 17 laboratories , after outliers discarding using Grubbs test at 5 % risk level.

Table IV : Outlier identification

Sample	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
Outliers Cochran					15			11		
Outlier Grubbs					15					
sr	0,009	0,018	0,010	0,007	0,007	0,013	0,012	0,011	0,012	0,012
SR	0,037	0,052	0,045	0,048	0,055	0,082	0,064	0,075	0,077	0,083

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

Sample Lab code	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	d	Sd _{lab}	t
1	- 0,033	- 0,014	- 0,021	- 0,021	- 0,021	+ 0,002	- 0,015	- 0,008	- 0,006	- 0,003	- 0,014	0,011	4,19
2	- 0,046	- 0,023	- 0,047	- 0,024	- 0,052	- 0,004	- 0,030	- 0,014	- 0,013	- 0,032	- 0,028	0,016	5,60
3	+ 0,097	+ 0,136	+ 0,114	+ 0,129	+ 0,099	+ 0,162	+ 0,145	+ 0,153	+ 0,154	+ 0,147	+ 0,134	0,023	18,19
4	- 0,018	- 0,024	+ 0,004	- 0,006	- 0,016	- 0,003	- 0,020	- 0,018	- 0,026	- 0,008	- 0,013	0,010	4,44
5	+ 0,032	+ 0,041	+ 0,029	+ 0,029	+ 0,019	+ 0,042	+ 0,035	+ 0,038	+ 0,039	+ 0,042	+ 0,035	0,007	14,92
6	+ 0,003	+ 0,034	+ 0,000	- 0,013	+ 0,002	+ 0,036	+ 0,005	+ 0,005	+ 0,013	+ 0,006	+ 0,009	0,015	1,91
7	+ 0,032	- 0,009	+ 0,054	+ 0,054	+ 0,114	- 0,043	+ 0,065	+ 0,077	+ 0,049	+ 0,182	+ 0,058	0,062	2,95
8	+ 0,032	- 0,009	+ 0,054	+ 0,054	+ 0,114	- 0,043	+ 0,065	+ 0,077	+ 0,049	+ 0,182	+ 0,058	0,062	2,95
9	+ 0,067	+ 0,091	+ 0,089	+ 0,109	+ 0,079	+ 0,152	+ 0,115	+ 0,128	+ 0,129	+ 0,107	+ 0,107	0,026	13,06
10	+ 0,002	+ 0,021	+ 0,009	+ 0,014	- 0,006	+ 0,022	+ 0,010	+ 0,018	+ 0,014	+ 0,007	+ 0,011	0,009	4,01
11	+ 0,017	+ 0,031	- 0,001	+ 0,009	+ 0,014	+ 0,047	+ 0,005	- 0,003	+ 0,004	- 0,003	+ 0,012	0,016	2,35
12	+ 0,047	+ 0,031	+ 0,039	+ 0,039	+ 0,029	- 0,003	+ 0,015	+ 0,007	- 0,006	+ 0,032	+ 0,023	0,018	3,95
13	- 0,013	+ 0,001	- 0,021	- 0,011	- 0,026	+ 0,012	- 0,025	- 0,013	- 0,021	- 0,023	- 0,014	0,012	3,59
14	- 0,043	- 0,034	- 0,026	- 0,041	- 0,031	- 0,033	- 0,025	- 0,023	- 0,046	- 0,023	- 0,032	0,008	12,21
15	- 0,013	- 0,069	- 0,041	- 0,061	+ 0,239	- 0,178	- 0,115	- 0,138	- 0,161	- 0,093	- 0,063	0,118	1,68
16	- 0,013	- 0,079	- 0,051	- 0,061	- 0,041	- 0,178	- 0,115	- 0,143	- 0,171	- 0,103	- 0,095	0,056	5,38
17	- 0,018	+ 0,001	- 0,049	- 0,029	- 0,037	+ 0,027	- 0,024	- 0,021	+ 0,008	- 0,024	- 0,017	0,023	2,34
18	- 0,008	- 0,004	+ 0,004	- 0,006	- 0,016	+ 0,007	+ 0,005	- 0,008	+ 0,009	- 0,008	- 0,002	0,008	0,95
d	+ 0,006	+ 0,007	+ 0,007	+ 0,009	+ 0,013	+ 0,001	+ 0,005	+ 0,007	+ 0,001	+ 0,021	+ 0,009	0,066	
Sd	0,038	0,051	0,048	0,053	0,055	0,085	0,066	0,074	0,079	0,083	0,065		

d = mean of differences

Sd = standard deviation of differences

t = Student test - comparison to 0

Upper limits : $\bar{d} = \pm 0,045$ millimole of BHB / liter of milk
 Sd = 0,045 millimole of BHB / liter of milk

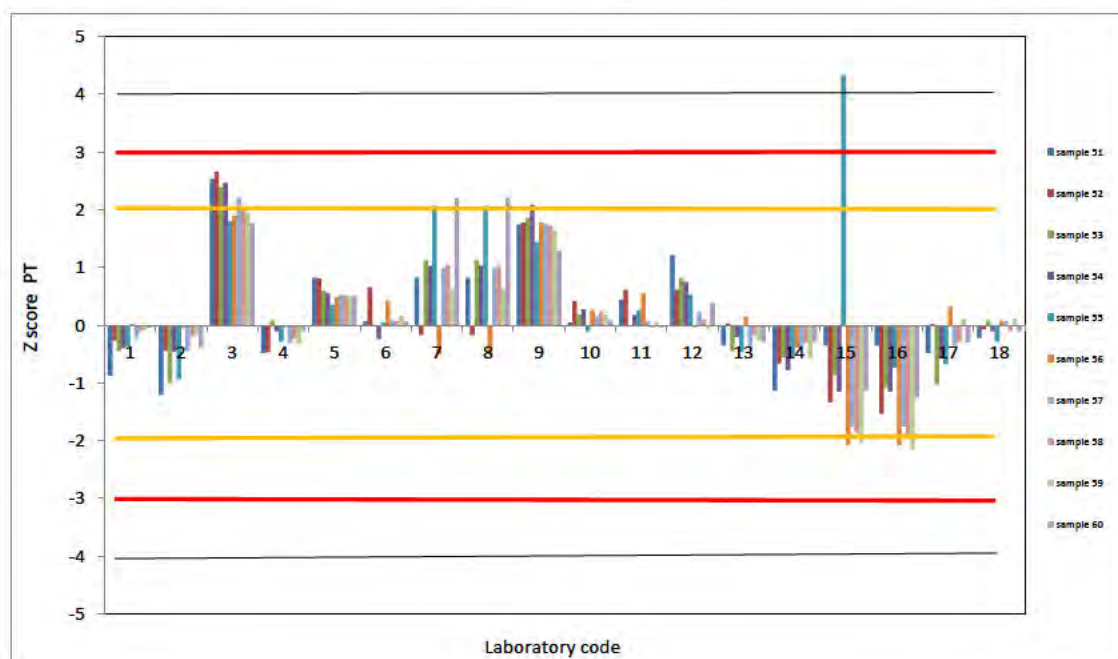
Table VI : Zscore of the different laboratories for each sample.
ZS calculated on the PT standard deviation

Sample Lab code	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
1	-0,87	-0,27	-0,45	-0,39	-0,37	+0,02	-0,23	-0,10	-0,07	-0,04
2	-1,20	-0,44	-0,99	-0,46	-0,93	-0,05	-0,45	-0,19	-0,16	-0,39
3	+2,53	+2,66	+2,39	+2,46	+1,80	+1,89	+2,20	+2,06	+1,96	+1,77
4	-0,48	-0,46	+0,08	-0,11	-0,28	-0,04	-0,31	-0,24	-0,32	-0,10
5	+0,83	+0,80	+0,60	+0,56	+0,35	+0,49	+0,53	+0,51	+0,50	+0,50
6	+0,07	+0,66	+0,00	-0,24	+0,04	+0,42	+0,08	+0,07	+0,16	+0,07
7	+0,83	-0,17	+1,13	+1,03	+2,07	-0,50	+0,99	+1,05	+0,63	+2,20
8	+0,83	-0,17	+1,13	+1,03	+2,07	-0,50	+0,99	+1,05	+0,63	+2,20
9	+1,74	+1,78	+1,86	+2,08	+1,44	+1,78	+1,75	+1,72	+1,64	+1,29
10	+0,04	+0,41	+0,18	+0,27	-0,10	+0,26	+0,15	+0,24	+0,18	+0,08
11	+0,43	+0,61	-0,03	+0,18	+0,26	+0,55	+0,07	-0,03	+0,06	-0,04
12	+1,22	+0,61	+0,81	+0,75	+0,53	-0,04	+0,23	+0,10	-0,07	+0,38
13	-0,35	+0,03	-0,45	-0,20	-0,46	+0,14	-0,38	-0,17	-0,26	-0,28
14	-1,14	-0,66	-0,55	-0,77	-0,55	-0,39	-0,38	-0,30	-0,58	-0,28
15	-0,35	-1,34	-0,87	-1,15	+4,33	-2,08	-1,75	-1,85	-2,04	-1,13
16	-0,35	-1,53	-1,08	-1,15	-0,74	-2,08	-1,75	-1,92	-2,16	-1,25
17	-0,48	+0,02	-1,03	-0,55	-0,67	+0,31	-0,36	-0,28	+0,11	-0,30
18	-0,22	-0,07	+0,08	-0,11	-0,28	+0,08	+0,07	-0,10	+0,12	-0,10

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



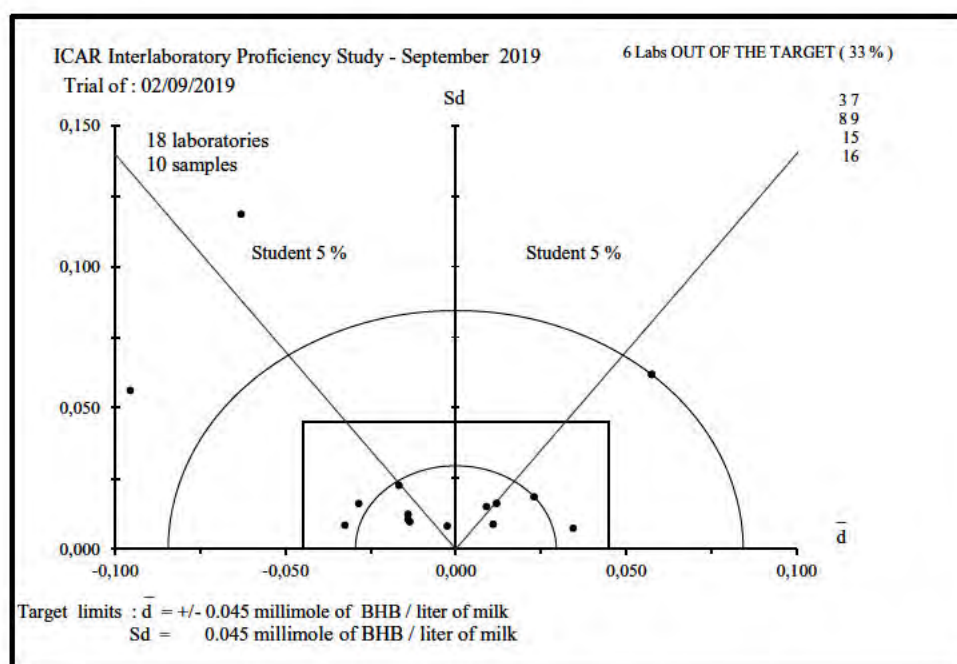


Figure 1 : ACCURACY - Evaluation of the individual performances (to see table I).

LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST

RAW MILK

BHB Routine method
September 2019

Name	City	Country
Actalia	Poligny	FR
AO Agroplen	Moskow	RU
centar za kontrolu kvalitete stocarskih proizvoda	Krizevci	CR
CIS	Telford	GB
Council of Agriculture, Executive Yuan, Taiwan Animal Germplasm Center of TLRI	Tainan	TW
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jönköping	sw
Eurofins Steins Laboratorium A/S	Vejen	DK
Horizon Lab Ltd	Winnipeg	CA
Korea Animal Improvement Association 111ho Green Dairy tech. Univ. HanKyong	Anseong	KP
Laboratorija za ispitivanje kvaliteta mleka, Poljoprivredni fakultet Novi Sad	Novi Sad	CS
Lactanet Central Milk Testing Lab	Edmonton, Alberta	CA
Lactanet Pacific Milk Analysis	British Columbia	CA
Lactanet Quebec	Quebec	CA



ICAR
PROFICIENCY TESTING SCHEME

SEPTEMBER 2019

Cow Raw Milk

MICROORGANISM DNA (PCR Method)

Sending date of statistical treatment : 3th October 2019

Frame of activity :	ICAR Milk Analyses Sub Committee (MA SC)
ICAR Staff	Silvia Orlandini pt@icar.org silvia@icar.org



Table I: Methods

N°	METHOD USED
1	PCR Method
2	PCR Method
3	PCR Method
4	PCR Method
5	PCR Method
6	PCR Method
7	PCR Method
8	PCR Method
9	PCR Method

Table II : Laboratory results

N°	46	47	48	49	50
1	+	+	+	+	+
2	+	+	+	+	+
3	+	+	+	+	+
4	+	+	+	+	+
5	+	+	+	+	+
6	+	+	+	+	+
7	+	+	+	+	+
8	+	+	+	+	+
9	+	+	+	+	+

MICROORGANISM DNA	Staphylococci aureus	Klebsiella Oxytoca	Staphylococcus haemolyticus	Staphylococci aureus	Escherichia coli
CFU / ml	97.10 ³ CFU/ml	203.10 ³ CFU/ml	157.10 ³ CFU/ml	97.10 ³ CFU/ml	142.10 ³ CFU/ml
MICROORGANISM DNA	Escherichia coli				
CFU / ml	142.10 ³ CFU/ml				

Table III :

SAMPLES	STRAINS	LEVEL
46	Staphylococcus aureus	97.10 ³ CFU/ml
	Escherichia coli	142.10 ³ CFU/ml
47	Klebsiella Oxytoca	203.10 ³ CFU/ml
48	Staphylococcus haemolyticus	157.10 ³ CFU/ml
49	Staphylococcus aureus	157.10 ³ CFU/ml
50	Escherichia coli	142.10 ³ CFU/ml

Table IV : Laboratory accuracy with respect to correct results

N°	46	47	48	49	50	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
NSR	9	9	9	9	9	
NS	9	9	9	9	9	
FSR%	100	100	100	100	100	

T : True

F : False

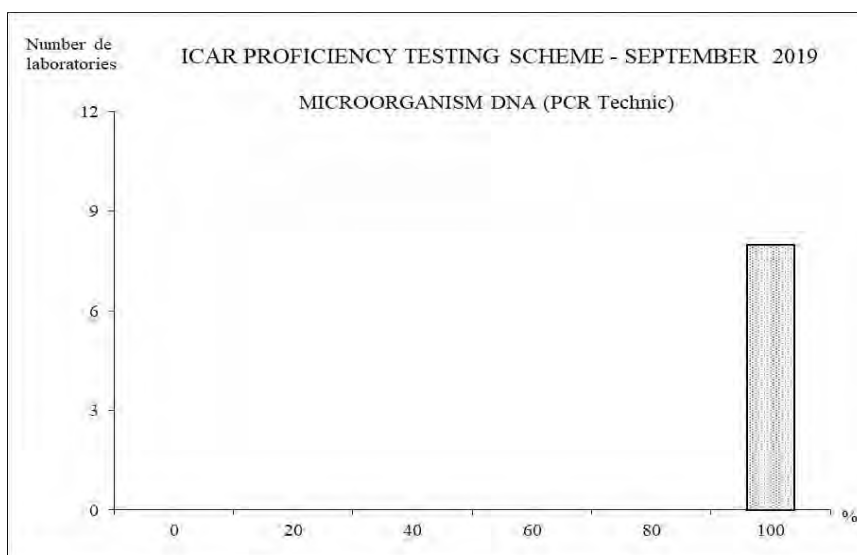
NSR : number of right answers per sample and criterion

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

ICAR Proficiency Test SEPTEMBER 2019



LIST OF THE PARTICIPANTS ICAR
ICAR PROFICIENCY TEST
RAW MILK
D N A PCR technique
September 2019

Name	City	Country
DNA Diagnostic	Risskov	Denmark
Eurofins Milk Testing Sweden AB	Jönköping	Sweden
LVK	Hobro	Denmark
National Milk Laboratory	Wolverhampton	United Kingdom
NorthStar Cooperative	Grand Ledge	USA
Suisselab AG	Zullikofen	Switzerland
Taiwan Livestock research Institute	Taiwan	Taiwan
Thermo Fisher Scientific	Lissieu	France
Thermo Fisher Scientific Oy	Vantaa	Finland

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