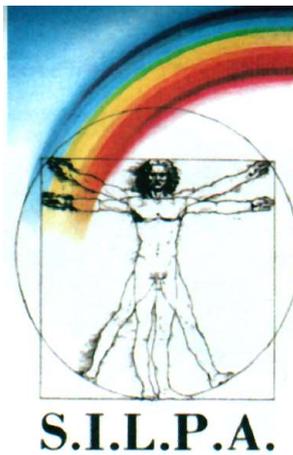


S.I.L.P.A.

Società Italiana Laboratori Pedologici e Agrochimici



RING TEST TERRENI SILPA

Via Marconi, 14 – 48124 RAVENNA

Tel: 0039 3792725019

www.silpalab.it

PEC: silpalaboratori@pec.it, Email: laboratorisilpa@gmail.com

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 1 di 8

Sommario

1. NORME E DOCUMENTI DI RIFERIMENTO
2. ABBREVIAZIONI/SIGLE/DEFINIZIONI
3. GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI
4. PREPARAZIONE DEI MATERIALI
5. STABILITA' DEL MATERIALE
6. MARCATURA, IMBALLAGGIO E SPEDIZIONE DEI CAMPIONI
7. VALORE DI CONSENSO E SCARTO TIPO ROBUSTO
8. INCERTEZZA DI MISURA
9. VALUTAZIONE DEI LABORATORI
- 9.1 Z-SCORE
10. INVIO DEI RISULTATI DA PARTE DEI PARTECIPANTI
11. ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI
12. RISULTATI (CON ELABORAZIONI, TABELLE ETCC)

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 2 di 8

1. NORME E DOCUMENTI DI RIFERIMENTO

Per l'organizzazione e l'elaborazione dei dati del RING TEST, SILPA segue i requisiti previsti nei seguenti documenti o norme:

ISO 5725 – 2:2019 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 2;

ISO 11464: 2006 Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis

ISO 13528:2022 – Statistical methods for use in Proficiency Testing by laboratory comparison

ISO 17034:2016 – General requirements for the competence of reference material producer

ISO GUIDE 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

ISO/IEC 17025:2018: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

Kuselman I., & Fajgelj A. IUPAC/CITAC Guide: Selection and use of proficiency testing schemes for a limited number of participants—chemical analytical laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 2010, 82 (5) pp. 1099–1135

Thompson M., Ellison S.L.R., Wood R. The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 2006, 78 (1) pp. 145–196

UNI CEI EN ISO/IEC 17043: 2023 Valutazione della conformità - Requisiti generali per la competenza dei provider di prove valutative interlaboratorio

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 3 di 8

2. ABBREVIAZIONI/SIGLE/DEFINIZIONI

Prelievo: Quantità di materiale prelevato da un lotto con un'operazione dell'apparecchiatura di campionamento

Campione globale: quantità di materiale ottenuta dal rimescolamento di tutti i campioni singoli o elementari, altrimenti detto campione di massa

Sottocampione: Campione ottenuto da prelievi o da un campione globale con un procedimento di riduzione di campione

Aliquota: parte in cui è suddiviso il campione finale di peso e volume omogeneo.

Lotto di produzione: codice identificativo del materiale prodotto

ID: numero sequenziale/ ANNO e nome località provenienza campione

3. GUIDA ALL'INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Il presente Ring Test ha l'obiettivo di fornire una valutazione delle performance dei laboratori partecipanti in accordo ai requisiti della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043.

Tutte le informazioni in possesso di SILPA sui partecipanti sono riservate e non saranno divulgate a nessuno, se non esplicitamente concordato con il partecipante.

Il circuito dei ring test suoli SILPA prevede l'invio di 6 campioni totali annui suddivisi in tre invii trimestrali.

Ad ognuna di queste segue l'elaborazione dei dati e la restituzione del documento finale nel sito SILPA.

4. PREPARAZIONE DEI MATERIALI

Ogni singolo sottocampione deriva dalla massa di un campione globale di suolo "naturale" (privo di aggiunte sia di microinquinanti, che di elementi della fertilità) rappresentativo del territorio italiano.

Ogni campione viene essiccato in strato inferiore a 5cm ad una temperatura non superiore ai 40°C secondo la norma ISO 11464.

In seguito il campione, privato di pietre e radici, viene macinato e setacciato meccanicamente fino a passare attraverso le maglie di un setaccio da 2mm.

Dopo mescolamento meccanico in betoniera per almeno 5 ore si eseguono le opportune operazioni di quartatura in accordo con il § 5.5.2 della ISO 11464.

Successivamente tramite un apparecchio ripartitore, vengono prodotti singoli sottocampioni che costituiscono le aliquote destinate alle prove.

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 4 di 8

Ogni aliquota è costituita da almeno 250 g di suolo per garantire la rappresentatività e una quantità adeguata per svolgere le determinazioni.

Le aliquote vengono confezionate in busta chiusa e fino al momento della spedizione sono conservate al fresco e al buio.

L'omogeneità e la stabilità del materiale distribuito sono verificate in accordo con la norma ISO 13528: 2022 - Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Inter-laboratory Comparisons tenendo conto delle modalità adottate nella preparazione del campione (disidratazione, riduzione in particelle omogenee di piccolo diametro, mancanza di rinforzo dell'analita, miscelazione accurata e conservazione a secco, uniformità della granulometria..).

5. STABILITA' DEL MATERIALE

SILPA periodicamente controlla sperimentalmente la stabilità, per verificare che la conservazione non comporti cambiamenti significativi (cfr. B 4.1.2 ISO 13528).

Sulla base di dati storici si è rilevato che il materiale è stabile quando conservato a temperatura ambiente.

6. MARCATURA, IMBALLAGGIO E SPEDIZIONE DEI CAMPIONI

I campioni vengono identificati con un codice alfanumerico costituito nella prima parte dal numero progressivo che va da 1 a 8 a cui si aggiunge nella seconda parte l'anno della spedizione e il nome della località di provenienza.

Ad esempio *1/2023 Parezzana*

I campioni sono trasportati con imballaggi adeguati a preservarne le caratteristiche per lo svolgimento delle prove.

7. VALORE DI CONSENSO E SCARTO TIPO ROBUSTO

Per ogni parametro, il valore deriva dall'elaborazione dei dati forniti dai laboratori applicando l'algoritmo A (All. C.3 ISO 13528:22 Robust analysis: Algorithm A con le varianti previste al punto C.3.2 i))

Prima di procedere all'elaborazione, si effettua una verifica preliminare dei dati forniti, ovvero si controlla se vi siano errori evidenti (dovuti ad esempio all'espressione del dato con un'errata unità di misura, pur considerando che in fase di inserimento dei dati il programma prevede dei vincoli per ridurre al minimo questa tipologia di errore; § 6.3.1 della norma ISO 13528).

Per ogni parametro, l'elaborazione dei dati fornisce accanto al valore di consenso uno scarto tipo robusto.

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 5 di 8

Il numero minimo di partecipanti (p) previsto per l'elaborazione dei dati del circuito è pari a 12.

Nel caso in cui $p < 12$ viene eseguita una statistica descrittiva e non può essere fornita la valutazione della performance del laboratorio partecipante

In quest'ultimo caso, si calcola quindi solo:

- media come valore assegnato
- scarto tipo come deviazione standard dei risultati

8. INCERTEZZA DI MISURA

L'incertezza di misura u_x per campione viene calcolata secondo la formula

$$u_x = 1,25 \frac{s_{RT}}{\sqrt{p}}$$

s_{RT} = scarto tipo robusto del Ring Test

p = numero di osservazioni valide

che include gli effetti dell'incertezza dovuta a disomogeneità, trasporto e instabilità. Il fattore 1,25 è considerato una stima conservativa alta che tiene conto del fatto che determinando il valore assegnato mediante statistica robusta dei risultati restituiti dai partecipanti, si deve tenere conto che gli stessi possono non seguire una distribuzione normale e contenere dati "contaminati".

Nel caso in cui $p < 12$ l'incertezza non viene stimata.

9. VALUTAZIONE DEI LABORATORI

I laboratori sono identificati da un codice numerico che è stato precedentemente comunicato ad ogni partecipante in fase di conferma dell'iscrizione al circuito.

La valutazione della performance di ciascun laboratorio viene calcolata sui dati inviati secondo le modalità definite di seguito.

9.1 Z-SCORE

Preliminarmente si confronta l'incertezza di misura con lo scarto tipo robusto, verificando la seguente relazione:

$$u_x \leq 0,3 s_{RT}$$

Se la condizione è rispettata, l'incertezza è trascurabile e allora la performance di ogni partecipante può essere espressa dallo Z-score a partire dal valore di consenso e dallo scarto tipo robusto mediante la formula

$$Z = \frac{(x_i - x_{RT})}{s_{RT}}$$

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 6 di 8

x_i = valore fornito dal partecipante *iesimo*

x_{RT} =valore di consenso (media robusta)

s_{RT} = scarto medio robusto

Invece nel caso in cui $u_x > 0,3 s_{RT}$

l'incertezza rientra nella valutazione della performance attraverso il calcolo

$$\hat{Z} = \frac{x_i - x_{RT}}{\sqrt{s_{RT}^2 + u_x^2}}$$

Lo Z o Z^ deve essere utilizzato dal laboratorio partecipante per valutare la propria performance nel Ring Test effettuato:

$|Z| \leq 2$ Soddisfacente

$2 < |Z| < 3$ Dubbio

$|Z| \geq 3$ Insoddisfacente

Nel report sono evidenziati i livelli di Z-score in arancione per quelli dubbi, in rosso quelli insoddisfacenti.

10. INVIO DEI RISULTATI DA PARTE DEI PARTECIPANTI

Ogni laboratorio invia un singolo valore per ciascun parametro che analizza, non è quindi vincolante l'invio dei risultati per tutti i parametri previsti nel round specifico. La trasmissione dei risultati d'analisi da parte dei laboratori partecipanti avviene tramite il sito www.silpalab.it avvalendosi di username e password consegnate dalla segreteria al momento dell'iscrizione. Le istruzioni sono rese disponibili sul sito stesso.

11. ELENCO DEI LABORATORI PARTECIPANTI

Tale informazione viene resa disponibile nell'apposita sezione del sito www.silpalab.it

12. RISULTATI (CON ELABORAZIONI, TABELLE ETCC)

Dopo l'elaborazione viene reso disponibile ai partecipanti un report nella sezione dedicata della piattaforma www.silpalab.it visualizzabile avvalendosi sempre di username e password consegnate dalla segreteria al momento dell'iscrizione.

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 7 di 8

L'elaborato riporta per ogni parametro:

- numero di partecipanti che hanno inviato il risultato per tale parametro
- il valor di consenso (calcolato in modo differente a seconda del numero di partecipanti vedi punto 7.).
- lo scarto tipo robusto (calcolato in modo differente a seconda del numero di partecipanti vedi punto 7.).
- l'incertezza tipo (u) (vedi punto 8)
- i risultati forniti da ciascun partecipante
- il punteggio statistico (Z o Z^{\wedge}) per ogni partecipante (vedi punto 9.1)
- l'indicazione mediante codifica della tecnica di prova associata al metodo di prova utilizzato per la determinazione di tale parametro (vedi istruzioni disponibili sul sito)

(p.to 3: modifica numero campioni annui)	Rev. 2 del 06/2025	
(p.to 7: aggiornamento specifiche algoritmo elaborazione)	Rev. 1 del 05/2024	
Ring Test terreni SILPA	Rev. 0 del 03/2024	Pag. 8 di 8