



**INSTITUT ZA
PREHRAMBENE
TEHNOLOGIJE
U NOVOM SADU**



Izveštaj o rezultatima međulaboratorijskog
poređenja

Određivanje sadržaja šećera u kaši šećerne repe (polarimetrijski)

Oktobar 2012. godine

Organizator međulaboratorijskog poređenja:
NAUČNI INSTITUT ZA PREHRAMBENE TEHNOLOGIJE U NOVOM SADU
Bulevar cara Lazara 1
21 000 Novi Sad
Telefon/faks: (+ 381 21) 450-725; 450-728; 450-730
[web: www.fins.uns.ac.rs](http://www.fins.uns.ac.rs)
Kontakt osobe:
Dr Milica Pojić
Tel: (+ 381 21) 485 3782
[e-mail: milica.pojic@fins.uns.ac.rs](mailto:milica.pojic@fins.uns.ac.rs)
Dr Jasna Grbić
Tel: (+ 381 21) 485 3811
[e-mail: jasna.grbic@fins.uns.ac.rs](mailto:jasna.grbic@fins.uns.ac.rs)

1 Uvod

Po svojoj definiciji međulaboratorijska poređenja predstavljaju organizaciju, izvođenje i vrednovanje ispitivanja nad istim ili sličnim predmetima ispitivanja od strane dve ili više laboratorija, a u skladu sa prethodno utvrđenim uslovima. Takođe, ona se koriste i za utvrđivanje sposobnosti laboratorija za ispitivanje ili merenje (tzv. proficiency testing). Učešće u međulaboratorijskim poređenjima pruža laboratorijama objektivni način za ocenjivanje i prikazivanje pouzdanosti podataka do kojih dolaze, poređenjem rezultata ispitivanja i merenja iz dve ili više laboratorija.

Ciljevi međulaboratorijskih poređenja mogu biti :

- 1) utvrđivanje sposobnosti pojedinačnih laboratorija za obavljanje određena ispitivanja i merenja, kao i za praćenje stalne sposobnosti laboratorija za ispitivanje;
- 2) uočavanje problema u laboratorijama, kao i iniciranje aktivnosti za njihovo prevazilaženje, kao što su npr. individualne sposobnosti zaposlenih ili etaloniranje instrumenata;
- 3) uspostavljanje efektivnosti i uporedivosti novih metoda ispitivanja ili merenja, slično kao i za praćenje novouspostavljenih metoda;
- 4) obezbeđivanje dodatnog poverenja kod korisnika usluga laboratorije;
- 5) utvrđivanje razlika među laboratorijama;
- 6) utvrđivanje karakteristika neke metode;
- 7) dodeljivanje vrednosti referentnim materijalima (RMs), kao i za ocenjivanje njihove pogodnosti za korišćenje u određenim procedurama ispitivanja ili merenja.

Sprovođenje i učešće u međulaboratorijskim poređenjima, kao i sam učinak laboratorije u istim predstavlja važan dokaz kod ocene tehničke kompetentnosti laboratorije od strane akreditacionih tela, uz napomenu da je veoma važno razlikovati vrednovanje kompetentnosti laboratorije ocenom njenog ukupnog rada u odnosu na prethodno utvrđene zahteve, i vrednovanje rezultata učešća laboratorije u međulaboratorijskom poređenju, što se može smatrati samo informacijom o tehničkoj kompetenciji laboratorije za ispitivanje u jednom jedinom trenutku, pod specifičnim uslovima nekog ispitivanja (ili više ispitivanja), u okviru jedne, određene šeme.

1.1 Statističke metode za obradu dobijenih rezultata

Cilj primenjenih statističkih postupaka je da se rezultati prikažu i ocene na jednostavan i transparentan način koji omogućava laboratorijama učesnicama, kao i drugim zainteresovanim stranama jednostavno razmatranje. Prilikom statističke obrade rezultata dobijenih u međulaboratorijskom poređenju treba razmotriti:

- preciznost i istinitost dobijenih rezultata,
- razlike između laboratorija učesnica na željenom nivou poverenja,
- broj laboratorija učesnica,
- broj uzoraka za ispitivanje i broj ponovljenih ispitivanja na svakom uzorku,
- procenu dodeljene vrednosti,
- procenu nekonzistentnih vrednosti.

Vrednovanje rezultata laboratorija učesnica sastoji se iz:

- 1) određivanja dodeljene vrednosti,
- 2) primene statističkih metoda za ocenu sposobnosti, i
- 3) vrednovanja sposobnosti laboratorija.

Rezultate dobijene u međulaboratorijskom poređenju potrebno je transformisati u statističke veličine radi njihove lakše interpretacije i omogućavanja poređenja. Cilj transformisanja podataka je merenje odstupanja rezultata dobijenih u pojedinačnoj laboratoriji-učesnici od dodeljene vrednosti.

Za statističku obradu rezultata dobijenih u međulaboratorijskom poređenju često se koriste mere varijacije (standardna devijacija, koeficijent varijacije ili relativna standardna devijacija, procenti, medijana apsolutne devijacije i sl.). Takođe, u slučaju kvantitativnih rezultata, rezultati dobijeni u međulaboratorijskom poređenju se transformišu u:

- Razliku između rezultata laboratorije učesnice (x) i dodeljene vrednosti (X), odn. ($x - X$), koja se naziva procena bias-a laboratorije;
- Procentnu razliku, $\frac{x - X}{X} \times 100$;
- Procentat ili rang;
- tzv. z-rezultat, $z = \frac{x - X}{s}$ gde je s standardna devijacija.

1.1.1 Interpretacija z-rezultata

Osnovna ideja tzv. z-rezultata je da omogući poređenje rezultata dobijenih u međulaboratorijskom poređenju, bez obzira na koncentraciju sastojka od interesa, prirodu predmeta ispitivanja, kao i fizički princip koji se nalazi u osnovi merenja.

- Z-rezultat od 0 ukazuje na savršen rezultat, što predstavlja redak slučaj čak i za najkompetentije laboratorije;
- približno 95 % z-rezultata nalaziće se između -2 i +2. Predznak z-rezultata (-/+) ukazuje na negativno ili pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost. Z-rezultati koje se nalaze u ovom opsegu smatraju se prihvatljivim ili zadovoljavajućim.
- Z-rezultat izvan opsega -3 do +3 smatra se neuobičajenim i ukazuje na potrebu iznalaženja uzroka odstupanja i njegovom otklanjanju. Rezultati u ovom opsegu smatraju se neprihvatljivim ili nezadovoljavajućim, i svakako zahtevaju preispitivanje.
- Z-rezultat u opsegu -2 do -3, kao i u opsegu 2 do 3 može se očekivati u 5 % slučajeva, i smatra se sumnjivim.

1.1.2 Određivanje dodeljene vrednosti

Dodeljene vrednosti treba da budu utvrđene tako da je na osnovu njih omogućeno korektno vrednovanje rezultata laboratorija učesnica.

Dodeljena vrednost može se odrediti na osnovu:

- rezultata ispitivanja dobijenih u referentnoj laboratoriji,
- certifikovanih vrednosti kod upotrebe certifikovanih referentnih materijala,
- konsenzusne vrednosti iz ekspertskih laboratorija,
- konsenzusne vrednosti iz laboratorija-učesnica.

2 Međulaboratorijsko poređenje određivanja sadržaja šećera u kaši šećerne repe (polarimetrijski)

Uzorak: Zamrznut uzorak kaše šećerne repe

Zamrznut uzorak kaše šećerne repe dostavljen je laboratorijama 25.09.2012. Postupak odmrzavanja uzorka izvršen je u skladu sa: Method GS6-1 (1994), The Determination of the Polarization of Sugar Beet by the Macerator or Cold Aqueous Digestion Method using Lead Acetate as Clarifying Agent – Official, International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis, Dr A. Bartens KG, Berlin (2007).

Ispitivanje: Određivanje sadržaja šećera u kaši šećerne repe (polarimetrijski).

Broj ponovljenih ispitivanja: tri ponavljanja.

Laboratorije učesnice: Učešće u međulaboratorijskom poređenju određivanja sadržaja šećera u kaši šećerne repe (polarimetrijski) prijavilo je 8 laboratorija (*redosled u tabeli ne odgovara šifriranju laboratorija*).

Laboratorije učesnice	
SP Laboratorija AD	Bečej
AD "CRVENKA" Fabrika šećera	Crvenka
"SUNOKO" DOO PC Kovačica	Kovačica
FINSLab	Novi Sad
"SUNOKO" DOO PC Pećinci	Pećinci
AD Fabrika šećera "TE-TO"	Senta
"SUNOKO" DOO PC Vrbas	Vrbas
AD "Šajkaška" Fabrika šećera	Žabalj

Dodeljena vrednost: Dodeljena vrednost određena je konsenzusom na nivou laboratorija-učesnica.

Statističke metode: Vrednovanje sposobnosti laboratorija izvršeno je na osnovu z-rezultata, izračunata je standardna devijacija reproduktivnosti, kao i proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja.

3 Rezultati međulaboratorijskog poređenja

3.1 SADRŽAJ ŠEĆERA (polarimetrijski), %

U tabeli 1 dati su rezultati određivanja sadržaja šećera u uzorku kaše šećerne repe, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost određena je konsenzusom, kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu osposobljenosti laboratorija-učesnica za određivanje sadržaja šećera (polarimetrijski) u kaši šećerne repe, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija konvertovane su u tzv. z-rezultate (Tab. 1).

Tabela 1

Rezultati određivanja sadržaja šećera (polarimetrijski) (%) u međulaboratorijskom poređenju

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	19.28	19.29	0.01	0.04	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.30				
	-				
2	19.22	19.20	0.04	-0.33	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.22				
	19.15				
3	19.21	19.23	0.06	-0.19	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.19				
	19.30				
4	19.87	19.86	0.06	2.33*	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.80				
	19.92				
5	19.05	19.04	0.03	-0.97	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.00				
	19.06				
6	19.17	19.16	0.02	-0.49	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.16				
	19.14				
7	19.32	19.26	0.05	-0.08	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.22				
	19.24				
8	19.28	19.21	0.15	-0.29	SRPS E.B1.080:2002 I SRPS E.B1.080/1:2002
	19.03				
	19.31				
DODELJENA VREDNOST	19.28				
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI	0.08				
Proširena merna nesigurnost (k=2)	0.06				

*statistički outlier

Dobijene vrednosti sadržaja šećera (polarimetrijski) u uzorku kaše šećerne repe kretale su se u opsegu od 19.04 % (laboratorija 5) do 19.86 % (laboratorija 4) sa srednjom vrednošću od 19.28 %, koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 4 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost dobijenu konsenzusom. Primenom Grubb-ovog testa, z-rezultat ove laboratorije označen je kao statistički outlier (z-rezultat je veći od kritične Grubb-ove vrednosti za n=8), tako da on nije uzet u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije**

reproduktivnosti (ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision of measurement methods and results, Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method). Z-rezultati ostalih laboratorija-učesnica su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru osposobljenost za određivanje sadržaja šećera (polarimetrijski) u uzorku kaše šećerne repe. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,06 %.