



**INSTITUT ZA
PREHRAMBENE
TEHNOLOGIJE
U NOVOM SADU**



Izveštaj o rezultatima međulaboratorijskog
poređenja

Odabrani pokazatelji kvaliteta meda

Jun 2015. 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 osoba:
Dr Milica Pojić
Tel: (+ 381 21) 485 3782
[e-mail: medjulab@fins.uns.ac.rs](mailto:medjulab@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 višelaboratorija, a u skladu sa prethodno utvrđenim uslovima. Takođe, ona se koriste i za utvrđivanje sposobnosti laboratorija za ispitivanje ili merenje (tzv. proficiency testing). Učešće međulaboratorijskim poređenjima pruža laboratorijama objektivnan 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 određenih 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, $\frac{x - X}{X} \times 100$;
- Procenat 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 koji 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 odabranih pokazatelja kvaliteta meda

Predmet ispitivanja: livadski med.

Ispitivanja:

- Sadržaj invertnog šećera,
- Sadržaj saharoze,
- Sadržaj materija nerastvornih u vodi.

Broj ponovljenih ispitivanja: tri ponavljanja.

Laboratorije učesnice: Učešće u međulaboratorijskom poređenju odabranih pokazatelja kvaliteta meda je prijavilo ukupno 10 laboratorija.

Laboratorije učesnice	
Jugoinspekt	Beograd
VMA Laboratorija Instituta za higijenu	Beograd
SP Laboratorija	Bečej
Zavod za javno zdravlje Timok	Zaječar
Institut za javno zdravlje	Niš
FINSLab	Novi Sad
Institut za zaštitu na radu	Novi Sad
Institut za javno zdravlje Vojvodine	Novi Sad
Medo-promet, FoodLAB	Subotica
Zavod za javno zdravlje	Šabac

**redosled u tabeli ne odgovara redosledu šifriranja laboratorija*

U tabeli je dat prikaz broja laboratorija koje su prijavile svoje učešće u međulaboratorijskom poređenju prema odabranim metodama:

Metoda	Broj laboratorija
Sadržaj invertnog šećera	8
Sadržaj saharoze	8
Sadržaj materija nerastvornih u vodi	8

Dodeljena vrednost: Za sve metode obuhvaćene međulaboratorijskim poređenjem 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 invertnog šećera, %

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

Tabela 1
Rezultati određivanja sadržaja invertnog šećera (%) u medu

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	79,64	79,60	0,04	0,29	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	79,61				
	79,56				
2	81,20	81,20	0,05	0,75	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	81,15				
	81,25				
6	81,13	81,18	0,06	0,74	Q3.H1.445
	81,25				
	81,15				
14	81,24	81,24	0,01	0,76	VM03 (Analiza životnih namirnica, 1983)
	81,25				
	81,24				
15	73,55	74,10	0,55	-1,30	Luff Schoorl
	74,10				
	74,65				
20	72,64	72,37	0,27	-1,80	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	72,11				
	72,37				
28	80,00	80,42	0,36	0,53	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	80,60				
	80,65				
29	78,68	78,68	0,33	0,02	HPLC-RI
	79,01				
	78,35				
DODELJENA VREDNOST			78,60		
STANDARDNA DEVIJACIJA			3,46		
Proširena merna nesigurnost (k=2)			1,22		

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja invertnog šećera u uzorku meda su se kretale u opsegu od 72,37 (laboratorija 20) do 81,24% (laboratorija 14) sa srednjom vrednošću od 78,60% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. Z-rezultati svih laboratorija-učesnica su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru osposobljenost za određivanje sadržaja invertnog šećera u uzorku meda. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 1,22%.

3.2. Sadržaj saharoze, %

U tabeli 2 su dati rezultati određivanja sadržaja saharoze u uzorku meda, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu osposobljenosti laboratorija-učesnica za određivanje sadržaja saharoze u medu srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 2).

Tabela 2
Rezultati određivanja sadržaja saharoze (%) u medu

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	1,46	1,48	0,02	-0,29	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	1,48				
	1,50				
2	<1	0,50	0,00	-0,93	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	<1				
	<1				
6	1,25	1,28	0,03	-0,42	Q3.H1.446
	1,30				
	1,28				
14	<1	0,50	0,00	-0,93	VM04 (Analiza životnih namirnica, 1983)
	<1				
	<1				
15	1,52	1,55	0,03	-0,24	Bez podataka
	1,55				
	1,58				
20	5,01	5,08	0,40	2,08	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	5,51				
	4,71				
28	1,90	1,88	0,03	-0,03	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	1,85				
	1,88				
29	3,15	3,13	0,03	0,80	HPLC-RI
	3,15				
	3,10				
DODELJENA VREDNOST			1,92		
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI			1,52		
Proširena merna nesigurnost (k=2)			1,07		

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja saharoze u uzorku meda su se kretale u opsegu od <1 (laboratorije 2 i 14) do 5,08% (laboratorija 20) sa srednjom vrednošću od 1,92%, koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 20 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost i nalaze se u granicama koje označavaju diskutabilne rezultate ($|2| < z < |3|$). Primenom Grubb-ovog testa, utvrđeno je da rezultat ove laboratorije ne predstavlja statistički outlier (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 saharoze u medu. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 1,07%.**

3.3 Sadržaj materija nerastvornih u vodi, %

U tabeli 3 su dati rezultati određivanja sadržaja materija nerastvornih u vodi u uzorku meda, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu osposobljenosti laboratorija-učesnica za određivanje sadržaja materija nerastvornih u vodi u medu, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 3).

Tabela 3

Rezultati određivanja sadržaja materija nerastvornih u vodi (%) u medu

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	0,0054	0,0054	0,0001	0,22	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,0054				
	0,0055				
6	0,0049	0,0047	0,0002	-0,13	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,0045				
	0,0048				
14	0,003	0,0027	0,0006	-1,17	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,002				
	0,003				
16	0,0055	0,0053	0,0003	0,15	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,0055				
	0,0049				
20	0,002	0,0020	0,0000	-1,50	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,002				
	0,002				
25	0,005	0,0053	0,0006	0,17	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,006				
	0,005				
28	0,0133	0,0084	0,0044	1,68	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,0071				
	0,0047				
29	0,006	0,0063	0,0006	0,67	Pravilnik Sl. list SFRJ 4/85, 7/92, Sl. List SCG 45/2003, 4/2004
	0,006				
	0,007				
DODELJENA VREDNOST			0,0050		
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI			0,0020		
Proširena merna nesigurnost (k=2)			0,0014		

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja materija nerastvornih u vodi u uzorku meda su se kretale u opsegu od 0,0020 (laboratorija 20) do 0,0084% (laboratorija 28) sa srednjom vrednošću od 0,0050% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. Z-rezultati svih laboratorija-učesnica su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru osposobljenost za određivanje sadržaja materija nerastvornih u vodi u uzorku meda. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,0014%.