



**INSTITUT ZA
PREHRAMBENE
TEHNOLOGIJE
U NOVOM SADU**



Izveštaj o rezultatima međulaboratorijskog
poređenja

Odabrani pokazatelji kvaliteta kukuruza i kukuruzne krupice

Maj 2014. 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 3798

[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 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, $\frac{x - X}{X} \times 100$;
- 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 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 ekspertske laboratorije,
- konsenzusne vrednosti iz laboratorija-učesnica.

2 Međulaboratorijsko poređenje odabranih pokazatelja kvaliteta kukuruza i kukuruzne krupice

Ispitivanja:

Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta kukuruza:

- Određivanje ukupnog sadržaja primesa,

Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta kukuruzne krupice:

- Određivanje sadržaja vode,
- Određivanje sadržaja masti.

Predmet ispitivanja: Merkantilni kukuruz i kukuruzna krupica (pivarska) dobijena u procesu suvog mlevenja kukuruza sa prethodnim isklicavanjem.

Broj ponovljenih ispitivanja: tri ponavljanja.

Laboratorije učesnice: Učešće u međulaboratorijskom poređenju odabranih pokazatelja kvaliteta kukuruza i kukuruzne krupice je prijavilo ukupno 17 laboratorija (9 za kukuruz i 12 za kukuruznu krupicu).

Laboratorije učesnice	
Žitoprodukt	Bačka Palanka
PSS Bačka Topola DOO	Bačka Topola
Poljoprivredna stručna služba DOO	Kikinda
Institut za javno zdravlje	Niš
Rota Control DOO	Novi Beograd
Jugoinspekt – Novi Sad DOO	Novi Sad
FINSLab	Novi Sad
Metron DOO	Novi Sad
PDS Institut Tamiš	Pančevo
Granexport DOO	Pančevo
Ratar AD	Pančevo
Poljoprivredna stručna služba DOO	Senta
Poljoprivredna stručna služba Subotica AD	Subotica
Agroposlovi DOO	Beograd
AD Žitobanat	Vršac
Enološka stanica DOO	Vršac
Poljoprivredna stručna služba DOO	Zrenjanin

* 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
Ukupan sadržaj primesa u kukuruzu	9
Sadržaj vode u kukuruznoj krupici	12
Sadržaj masti u kukuruznoj krupici	10

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 UKUPAN SADRŽAJ PRIMESA, %

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

Tabela 1

Rezultati određivanja ukupnog sadržaja primesa (%) u uzorku kukuruza u međulaboratorijskom poređenju

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	2,54	2,47	0,10	-0,61	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	2,51				
	2,36				
4	0,10	0,11	0,01	-1,00	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	0,12				
	0,11				
5	5,61	5,78	0,16	-0,05	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	5,91				
	5,83				
8	4,68	4,68	0,04	-0,24	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	4,72				
	4,64				
11	19,6	21,33	1,80	2,54*	Bez podataka
	21,2				
	23,2				
13	5,25	4,90	0,30	-0,20	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	4,75				
	4,70				
14	5,04	5,08	0,22	-0,17	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	5,32				
	4,89				
15	4,92	4,97	0,21	-0,19	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	5,20				
	4,80				
16	5,61	5,60	0,01	-0,08	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	5,60				
	5,60				
DODELJENA VREDNOST			6,10		
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI			1,94		
Proširena merna nesigurnost (k=2)			1,37		

**statističi outlier*

Dobijene vrednosti određivanja ukupnog sadržaja primesa u uzorku kukuruza kretale su se u opsegu od 0,11 (laboratorija 4) do 21,33% (laboratorija 11) sa srednjom vrednošću od 6,10% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 11 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost dobijenu konsenzusom pri čemu je z-rezultat ove laboratorije u granicama koje označavaju SUMNJIVE rezultate (z-rezultat je u granicama od 2 do 3). Primenom**

Grubb-ovog testa, pokazano je da rezultati ove laboratorije predstavljaju 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). Kako je z-rezultat ove laboratorije veći od kritične Grubb-ove vrednosti (za $n=9$), on nije uzet u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije reproduktivnosti i merne nesigurnosti. Z-rezultati ostalih laboratorija-učesnica su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru osposobljenost za određivanje ukupnog sadržaja primesa u uzorku kukuruza. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 1,37%.

3.2 SADRŽAJ VODE, %

U tabeli 2 su dati rezultati određivanja sadržaja vode u uzorku kukuruzne krupice, 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 vode u uzorku kukuruzne krupice, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 2).

Tabela 2

Rezultati određivanja sadržaja vode (%) uzorka kukuruzne krupice u međulaboratorijskom poređenju

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	12,65	12,67	0,02	0.18	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,68				
	12,67				
1a	12,52	12,50	0,02	-0.37	INFRATEC 1241
	12,49				
	12,48				
8	12,91	12,92	0,06	1.00	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,87				
	12,98				
9	12,69	12,67	0,02	0.20	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,68				
	12,65				
10	12,75	12,72	0,03	0.37	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,73				
	12,69				
11	13,01	13,03	0,03	1.37	Bez podataka
	13,06				
	13,03				
16	12,43	12,44	0,04	-0.56	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,48				
	12,40				
23	12,71	12,68	0,03	0.24	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,66				
	12,68				
24	12,53	12,53	0,01	-0.26	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,52				
	12,54				
26	12,80	12,78	0,02	0.55	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,78				
	12,76				
27	12,67	12,67	0,02	0.20	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	12,66				
	12,69				
28	12,66	12,69	0,04	0.27	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988 (m.18)
	12,69				
	12,73				
28a	12,53	12,53	0,00	-0.26	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988 (m.19)
	12,53				
	12,53				

Tabela 2 (nastavak)

Rezultati određivanja sadržaja vode (%) uzorka kukuruzne krupice u međulaboratorijskom poređenju

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
29	11,80	11,67	0,15	-3,04*	Analizator Instalab 670
	11,50				
	11,70				
DODELJENA VREDNOST			12,61		
STANDARDNA DEVIJACIJA			0,17		
Proširena merna nesigurnost (k=2)			0,07		

**statistički outlier*

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja vode u uzorku kukuruzne krupice su se kretale u opsegu od 11,67 (laboratorija 29) do 13,03% (laboratorija 11) sa srednjom vrednošću od 12,61% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 29 pokazuju negativno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost pri čemu je z-rezultat ove laboratorije u granicama koje označavaju NEPRIHVATLJIVE rezultate (z-rezultat je > |3|).** Primenom Grubb-ovog testa, utvrđeno je da je z-rezultat ove laboratorije veći od kritične Grubb-ove vrednosti (za n=14), što ukazuje da su rezultati ove laboratorije statistički outlier-i, i nisu uzeti u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije reproduktivnosti i merne nesigurnosti (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 vode u uzorku kukuruzne krupice. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,07%.

3.3 SADRŽAJ MASTI, %

U tabeli 3 su dati rezultati određivanja sadržaja masti u uzorku kukuruzne krupice, 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 masti u kukuruznoj krupici srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 3).

Tabela 3

Rezultati određivanja sadržaja masti (%) uzorka kukuruzne krupice u međulaboratorijskom poređenju

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	0,66	0,67	0,01	-0,67	AOAC 945.16
	0,67				
	0,68				
1a	0,54	0,55	0,01	-1,04	INFRATEC 1241
	0,56				
	0,54				
8	1,45	1,48	0,03	1,80	UPI.1.044
	1,51				
	1,49				
9	0,87	0,87	0,01	-0,05	SRPS ISO 6492:2001
	0,87				
	0,88				
10	0,76	0,82	0,07	-0,20	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	0,90				
	0,81				
11	1,15	1,15	0,03	0,79	Bez podataka
	1,12				
	1,18				
16	0,68	0,70	0,02	-0,58	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	0,72				
	0,70				
23	0,81	0,81	0,01	-0,24	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	0,80				
	0,82				
24	1,62	1,64	0,06	2,27	Pravilnik, Sl. list SFRJ 74/1988
	1,59				
	1,71				
26	0,73	0,73	0,01	-0,47	MEBAK 3.5 EBC metod
	0,73				
	0,74				
27	0,78	0,78	0,01	-0,33	SRPS EN ISO 11085:2012
	0,79				
	0,77				
28	0,73	0,74	0,04	-0,44	MEBAK (1997)
	0,71				
	0,79				
29	0,61	0,60	0,04	-0,87	Analizator Instalab 670
	0,64				
	0,56				
DODELJENA VREDNOST				0,89	
STANDARDNA DEVIJACIJA				0,33	
Proširena merna nesigurnost (k=2)				0,18	

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja masti u uzorku kukuruzne krupice su se kretale u opsegu od 0,55 (laboratorija 1a) do 1,64% (laboratorija 24) sa srednjom vrednošću od 0,89%, koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 24 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost pri čemu je z-rezultat ove laboratorije u granicama koje označavaju SUMNJIVE rezultate (z-rezultat je u granicama između 2 i 3), ali oni ne predstavljaju statističke outlier-e (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 masti u kukuruznoj krupici. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,18%.