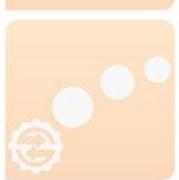




**INSTITUT ZA
PREHRAMBENE
TEHNOLOGIJE
U NOVOM SADU**



Izveštaj o rezultatima međulaboratorijskog
poređenja

Odabrani pokazatelji kvaliteta pića i napitaka

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
Kontakt osoba:
Dr Milica Pojić
Tel: (+ 381 21) 485 3782
e-mail: 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 u međulaboratorijskim poređenjima pruža laboratorijama objektivan 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 nekonistentnih 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, mediana 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 ekspertske laboratorije,
- konsenzusne vrednosti iz laboratorija-učesnica.

2 Međulaboratorijsko poređenje odabranih pokazatelja kvaliteta pića i napitaka

Predmet ispitivanja: Voćni sok od jabuke, osvežavajuće bezalkoholno piće (Šveps), žestoko alkoholno piće (vinjak), kafa.

Ispitivanja:

1. Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta voćnog soka:
 - Sadržaj isparljivih kiselina.
2. Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta osvežavajućeg bezalkoholnog pića:
 - Sadržaj K-sorbata,
 - Sadržaj etanola.
3. Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta žestokog alkoholnog pića:
 - Sadržaj alkohola,
 - Sadržaj metil-alkohola,
 - Sadržaj viših alkohola,
 - Ukupna titraciona kiselost,
 - Sadržaj šećera.
4. Određivanje odabranih pokazatelja kvaliteta kafe:
 - Sadržaj rastvorljivih materija.

Broj ponovljenih ispitivanja: tri ponavljanja.

Laboratorije učesnice: Učešće u međulaboratorijskom poređenju odabranih pokazatelja kvaliteta pića i napitaka je prijavila ukupno 21 laboratorija.

Laboratorije učesnice	
Alfa lab	Aleksandrovac
Knjaz Miloš	Aranđelovac
Rea lab	Beograd
MP BIO	Beograd
Jugoinspekt	Beograd
Zavod za javno zdravlje	Valjevo
Zavod za javno zdravlje Timok	Zaječar
Zavod za javno zdravlje	Kraljevo
Poljoprivredna savetodavna i stručna služba	Kruševac
Institut za javno zdravlje	Niš
FINSLab	Novi Sad
Institut za zaštitu na radu	Novi Sad
Jugoinspekt	Novi Sad
Tehnološki fakultet	Novi Sad
Institut za javno zdravlje Vojvodine	Novi Sad
Eko lab	Padinska Skela
PSS Institut Tamiš	Pančevo
Visoka poljoprivredno-prehrambena škola	Prokuplje
Medo-promet, FoodLAB	Subotica
SU Lab Quality	Subotica
Zavod za javno zdravlje	Šabac

*redosled u tabeli ne odgovara redosledu šifriranja laboratorija

U tabeli je dat prikaz broja laboratorijskih učešća u međulaboratorijskom poređenju prema odabranim metodama:

Metoda	Broj laboratorijskih učešća
Sadržaj isparljivih kiselina (voćni sok)	8
Sadržaj K-sorbata (OBP)	9
Sadržaj etanola (OBP)	10
Sadržaj alkohola (žestoko alkoholno piće)	13
Sadržaj metil-alkohola (žestoko alkoholno piće)	13
Sadržaj viših alkohola (žestoko alkoholno piće)	10
Ukupna titracionalna kiselost (žestoko alkoholno piće)	9
Sadržaj šećera (žestoko alkoholno piće)	5
Sadržaj rastvorljivih materija (kafa)	9

Dodeljena vrednost: Za sve metode obuhvaćene međulaboratorijskim poređenjem dodeljena vrednost određena je konsenzusom na nivou laboratorijskih učešća.

Statističke metode: Vrednovanje sposobnosti laboratorijskih učešća u međulaboratorijskim poređenjima je izvršeno 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 ODABRANI POKAZATELJI KVALITETA VOĆNOG SOKA

3.1.1 Sadržaj isparljivih kiselina, g/kg

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

Tabela 1

Rezultati određivanja sadržaja isparljivih kiselina u voćnom soku (g/kg)

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	0,043	0,043	0,001	-0,47	DM-5.4-3M-007			
	0,044							
	0,042							
2	0,044	0,042	0,003	-0,54	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,042							
	0,039							
4	0,04	0,043	0,006	-0,46	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,04							
	0,05							
6	0,0375	0,036	0,001	-0,84	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,0346							
	0,0361							
10	0,075	0,075	0,000	1,21	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,075							
	0,075							
14	0,047	0,047	0,001	-0,28	SRPS ISO 6632:2003			
	0,047							
	0,046							
15	0,0396	0,040	0,000	-0,64	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,0402							
	0,0400							
16	0,089	0,087	0,002	1,84	SRPS ISO 6632:2003			
	0,086							
	0,086							
DODELJENA VREDNOST		0,052						
STANDARDNA DEVIJACIJA		0,019						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		0,013						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja isparljivih kiselina u uzorku voćnog soka su se kretale u opsegu od 0,036 (laboratorijski 6) do 0,087 g/kg (laboratorijski 16) sa srednjom vrednošću od 0,052 g/kg koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. Z-rezultati svih laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobljenost za određivanje sadržaja isparljivih kiselina u uzorku voćnog soka. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,013 g/kg.

3.2 ODABRANI POKAZATELJI KVALITETA OSVEŽAVAJUĆEG BEZALKOHOLNOG PIĆA

3.2.1 Sadržaj kalijum sorbata, mg/l

U tabeli 2 su dati rezultati određivanja sadržaja kalijum sorbata u uzorku osvežavajućeg bezalkoholnog pića, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnika. Za ocenu sposobljenosti laboratorija-učesnika za određivanje sadržaja kalijum sorbata u osvežavajućem bezalkoholnom piću srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 2).

Tabela 2

Rezultati određivanja sadržaja kalijum sorbata (mg/l) u osvežavajućem bezalkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	187,36	186,39	1,45	0,32	DM-5.4-3M-009			
	184,72							
	187,09							
5	201,02	201,03	0,02	0,77	DM-004			
	201,05							
	201,03							
6	180,18	181,28	2,26	0,17	Q3.H1.101			
	183,88							
	179,79							
7	140,5	143,47	2,57	-0,98	SRPS ISO 22855:2011			
	145,1							
	144,8							
8	199,69	203,48	3,61	0,84	DM09 (tečna hromatografija)			
	206,88							
	203,88							
10	101,53	102,52	1,00	-2,22	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	102,52							
	103,52							
12	200,2	200,30	0,10	0,75	DM0031			
	200,4							
	200,3							
13	174,2	175,47	4,63	-0,01	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	171,6							
	180,6							
14	187,5	187,33	1,66	0,35	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	185,6							
	188,9							
DODELJENA VREDNOST		175,70						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		19,53						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		6,90						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja kalijum sorbata u uzorku osvežavajućeg bezalkoholnog pića su se kretale u opsegu od 102,52 (laboratorija 10) do 203,48 mg/l (laboratorija 8) sa srednjom vrednošću od 175,70 mg/l, koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 10 pokazuju negativno 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 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), te nije uzet u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije reproduktivnosti. Z-rezultati ostalih laboratorija-učesnica su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobljenost za određivanje sadržaja kalijum sorbata u osvežavajućem bezalkoholnom piću. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 6,90 mg/l.

3.2.2 Sadržaj etanola, vol%

U tabeli 3 su dati rezultati određivanja sadržaja etanola u uzorku osvežavajućeg bezalkoholnog pića, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu sposobljenosti laboratorija-učesnica za određivanje sadržaja etanola u uzorku osvežavajućeg bezalkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 3).

Tabela 3

Rezultati određivanja sadržaja etanola (vol%) u osvežavajućem bezalkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	0,059	0,056	0,003	-0,14	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,054							
	0,054							
2	0,06	0,060	0,000	0,00	Destilacija,			
	0,06							
	0,06							
3	0,050	0,052	0,005	-0,27	AL-DM-03			
	0,048							
	0,058							
4	0,050	0,049	0,001	-0,36	EL10305005-31			
	0,048							
	0,050							
5	0,041	0,042	0,001	-0,61	DM-163			
	0,042							
	0,042							
6	0,054	0,056	0,002	-0,12	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,058							
	0,057							
10	0,132	0,129	0,005	2,30	Pravilnik Sl. list SFRJ 29/83			
	0,132							
	0,123							
11	0,07	0,063	0,006	0,11	VMK 017			
	0,06							
	0,06							
12	0,034	0,034	0,001	-0,88	DM 0076			
	0,033							
	0,034							
14	0,055	0,055	0,001	-0,16	SRPS ISO 2448:2003			
	0,056							
	0,055							
DODELJENA VREDNOST		0,060						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		0,009						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		0,006						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja etanola u uzorku osvežavajućeg bezalkoholnog pića su se kretale u opsegu od 0,034 (laboratorija 12) do 0,129 vol% (laboratorija 10) sa srednjom vrednošću od 0,060 vol% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 10 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost i nalaze se u granicama koje označavaju diskutabilne rezultate ($|Z| < z < |3|$).**

Primenom Grubb-ovog testa, utvrđeno je da rezultat ove laboratorije 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), te nije uzet u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije reproduktivnosti. Z-rezultati ostalih laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobnost za određivanje sadržaja etanola u osvežavajućem bezalkoholnom piću. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,006 vol%.

3.3 ODABRANI POKAZATELJI KVALITETA ŽESTOKOG ALKOHOLNOG PIĆA

3.3.1 Sadržaj alkohola, vol%

U tabeli 4 su dati rezultati određivanja sadržaja alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, 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 alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorijskih su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 4).

Tabela 4

Rezultati određivanja sadržaja alkohola (vol%) u žestokom alkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	39,84	40,00	0,23	0,05	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	40,27				
	39,9				
2	39,9	40,10	0,20	0,25	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	40,3				
	40,1				
3	39,84	39,86	0,03	-0,25	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	39,84				
	39,90				
4	39,86	39,92	0,06	-0,13	EL10305005-30
	39,92				
	39,98				
5	38,97	38,99	0,03	-2,06	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	38,97				
	39,03				
6	39,92	40,02	0,10	0,08	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	40,11				
	40,02				
7	40,27	40,37	0,10	0,82	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	40,39				
	40,46				
8	41,37	41,17	0,25	2,48	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	41,25				
	40,89				
9	39,85	39,81	0,03	-0,35	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	39,79				
	39,79				
15	40,27	40,21	0,06	0,48	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	40,15				
	40,21				
17	39,76	39,76	0,00	-0,46	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	39,76				
	39,76				
18	39,77	39,79	0,04	-0,39	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	39,84				
	39,77				

Tabela 4 (nastavak)**Rezultati određivanja sadržaja alkohola (vol%) u žestokom alkoholnom piću**

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
19	39,71	39,73	0,03	-0,52	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	39,77							
	39,71							
DODELJENA VREDNOST		39,98						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		0,48						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		0,20						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića su se kretale u opsegu od 38,99 (laboratorija 5) do 41,17 vol% (laboratorija 8) sa srednjom vrednošću od 39,98 vol% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 5 pokazuju negativno, dok rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 8 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 dobijen u laboratoriji označenoj šifrom 5 ne predstavlja statistički outlier, dok rezultat dobijen u laboratoriji označenoj šifrom 8 predstavlja statistički outlier te 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 laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobljenost za određivanje sadržaja alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,20 vol%.

3.3.2 Sadržaj metil-alkohola, mg/l a.a.

U tabeli 5 su dati rezultati određivanja sadržaja metil-alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu sposobljenosti laboratorija-učesnica za određivanje sadržaja metil-alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 5).

Tabela 5

Rezultati određivanja sadržaja metil-alkohola (mg/l a.a.) u žestokom alkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod
1	764,89	751,89	12,39	-0,32	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	750,56				
	740,22				
2	720,1	719,97	2,60	-0,38	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	717,3				
	722,5				
3	736,56	749,76	16,49	-0,32	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	744,48				
	768,24				
4	747,88	737,33	10,55	-0,35	EL10305005-30
	737,33				
	726,78				
5	636,98	657,86	33,14	-0,49	DM-042
	640,54				
	696,07				
6	750	800,00	50,00	-0,24	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	850				
	800				
8	2319	2715,3	344,68	3,16	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	2882				
	2945				
9	775,6	760,60	41,49	-0,31	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	713,7				
	792,5				
15	357	364,00	8,19	-1,01	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	373				
	362				
16	1040	1029,00	13,45	0,17	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	1014				
	1033				
17	843,27	873,62	28,08	-0,11	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	898,69				
	878,89				
18	852,19	852,19	15,69	-0,14	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87
	867,88				
	836,51				

Tabela 5 (nastavak)**Rezultati određivanja sadržaja metil-alkohola (mg/l a.a.) u žestokom alkoholnom piću**

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
19	1074,5	1120,57	56,81	0,33	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	1103,16							
	1184,05							
DODELJENA VREDNOST			933,24					
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI			187,71					
Proširena merna nesigurnost (k=2)			108,37					

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja metil-alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića su se kretale u opsegu od 364,0 (laboratorija 15) do 2715,3 (laboratorija 8) sa srednjom vrednošću od 933,2 mg/l a.a. koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 8 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost i nalaze se u granicama koje označavaju neprihvatljive rezultate ($|z| > 3$).** Primenom Grubb-ovog testa, utvrđeno je da rezultat dobijen u ovoj laboratoriji predstavlja statistički outlier, te 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 laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobnost za određivanje sadržaja metil-alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 108,37 mg/l a.a.

3.3.3 Sadržaj viših alkohola, mg/l a.a.

U tabeli 6 su dati rezultati određivanja sadržaja viših alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, 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 viših alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 6).

Tabela 6

Rezultati određivanja sadržaja viših alkohola (mg/l a.a.) u žestokom alkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	2392	2352,33	42,78	0,09	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2307							
	2358							
2	2020	2008,33	12,58	-0,75	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	1995							
	2010							
3	2188	2192,00	10,58	-0,30	AL-DM-08			
	2204							
	2184							
4	2012,23	1998,53	11,92	-0,78	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	1992,75							
	1990,60							
5	3445,2	3399,20	40,50	2,64	DM-196			
	3368,9							
	3383,5							
6	2038	2039,67	1,53	-0,68	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2040							
	2041							
9	2158,5	2114,87	42,41	-0,49	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2073,8							
	2112,3							
17	2324,80	2336,94	60,34	0,05	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2402,43							
	2283,60							
18	2358,49	2329,19	27,05	0,03	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2305,16							
	2323,93							
19	2398,2	2391,93	14,27	0,18	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	2375,6							
	2402,0							
DODELJENA VREDNOST		2316,30						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		160,35						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		106,90						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja viših alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića su se kretale u opsegu od 1998,53 (laboratorija 4) do 3399,20 mg/l a.a. (laboratorija 5) sa srednjom vrednošću od 2316,30 mg/l a.a. koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobijeni u laboratoriji označenoj šifrom 5 pokazuju pozitivno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost i nalaze se u granicama koje označavaju diskutabilne**

rezultate ($|2| < z < |3|$). Primenom Grubb-ovog testa, je utvrđeno da rezultat dobijen u ovoj laboratoriji predstavlja statistički outlier, te nije uzet u obzir prilikom izračunavanja standardne devijacije reproaktivnosti. (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 laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobnost za određivanje sadržaja viših alkohola u uzorku žestokog alkoholnog pića. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 106,90 mg/l a.a.

3.3.4 Ukupna titraciona kiselost, mg/l

U tabeli 7 su dati rezultati određivanja ukupne titracione kiselosti uzorka žestokog alkoholnog pića, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorijskih učesnika. Za ocenu osposobljenosti laboratorijskih učesnika za određivanje ukupne titracione kiselosti uzorka žestokog alkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorijskih učesnika su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 7).

Tabela 7

Rezultati određivanja ukupne titracione kiselosti (mg/l) žestokog alkoholnog pića

Laboratorijski učesnik	Ponavljanje	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	351,35	355,23	3,55	0,85	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	356,00							
	358,33							
3	342	340,00	3,46	0,36	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	342							
	336							
5	358,56	356,71	1,80	0,90	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	354,97							
	356,60							
7	282,11	283,27	2,40	-1,47	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	286,03							
	281,68							
9	326,7	330,60	6,75	0,05	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	326,7							
	338,4							
17	345,6	348,00	4,16	0,62	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	345,6							
	352,8							
18	354	352,00	3,46	0,74	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	354							
	348							
19	321	320,67	0,58	-0,27	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	321							
	320							
20	275,9	273,63	1,96	-1,78	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	272,5							
	272,5							
DODELJENA VREDNOST		328,90						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		31,01						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		20,67						

Dobijene vrednosti određivanja ukupne titracione kiselosti uzorka žestokog alkoholnog pića su se kretale u opsegu od 273,63 (laboratorijski učesnik 20) do 356,71 mg/l (laboratorijski učesnik 5) sa srednjom vrednošću od 328,90 mg/l koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. Z-rezultati svih laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru osposobljenost za određivanje ukupne titracione kiselosti uzorka žestokog alkoholnog pića. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 20,67 mg/l.

3.3.5 Sadržaj šećera, g/l

U tabeli 8 su dati rezultati određivanja sadržaja šećera u uzorku žestokog alkoholnog pića, 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 šećera u uzorku žestokog alkoholnog pića, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorija su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 8).

Tabela 8

Rezultati određivanja sadržaja šećera (g/l) u žestokom alkoholnom piću

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	1,20	1,21	0,01	0,28	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	1,20							
	1,22							
2	<2	1,00	-	-0,05	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	<2							
	<2							
3	1,18	1,21	0,02	0,28	AL-DM-78			
	1,22							
	1,22							
7	0	0,00	0,00	-1,61	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	0							
	0,00							
19	1,7	1,74	0,08	1,11	Pravlinik Sl. list SFRJ 70/87			
	1,83							
	1,7							
DODELJENA VREDNOST		1,03						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		0,64						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		0,57						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja šećera u uzorku žestokog alkoholnog pića su se kretale u opsegu od 0 (laboratorija 7) do 1,74 g/l (laboratorija 19) sa srednjom vrednošću od 1,03 g/l 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 šećera u uzorku žestokog alkoholnog pića. Proširena merna nesigurnost koja proizilazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,57 g/l.

3.4 ODABRANI POKAZATELJI KVALITETA KAFE

3.4.1 Sadržaj rastvorljivih materija, %

U tabeli 9 su dati rezultati određivanja sadržaja rastvorljivih materija u uzorku kafe, kao i rezultati njihove statističke obrade. Dodeljena vrednost je određena konsenzusom kao srednja vrednost rezultata laboratorija-učesnica. Za ocenu sposobnosti laboratorija-učesnika za određivanje sadržaja rastvorljivih materija u uzorku kafe, srednje vrednosti rezultata pojedinačnih laboratorijskih su konvertovane u tzv. z-rezultate (Tab. 9).

Tabela 9

Rezultati određivanja sadržaja rastvorljivih materija (%) u kafi

Laboratorija	Ponavljanja	Srednja vrednost	Standardna devijacija	Z-rezultat	Korišćen metod			
1	26,52	26,41	0,17	0,24	AOAC 973.21			
	26,49							
	26,21							
4	26,34	26,38	0,14	0,23	EL-14305005-20			
	26,54							
	26,26							
6	25,02	25,67	0,64	-0,26	Q3.H1.450			
	25,69							
	26,29							
7	22,47	22,42	0,06	-2,49	TM 1100-10			
	22,36							
	22,42							
11	26,82	26,95	0,15	0,62	VMK 013			
	27,12							
	26,92							
14	26,3	26,17	0,23	0,08	VM 12			
	25,9							
	26,3							
15	27,50	27,58	0,07	1,05	AOAC 973.21			
	27,63							
	27,60							
20	26,36	26,36	0,01	0,21	Trajković et al. (1983). Analize životnih namirnica			
	26,35							
	26,37							
28	26,49	26,50	0,02	0,31	DM/JUP 010102-79			
	26,50							
	26,52							
DODELJENA VREDNOST		26,05						
STANDARDNA DEVIJACIJA REPRODUKTIVNOSTI		0,56						
Proširena merna nesigurnost (k=2)		0,40						

Dobijene vrednosti određivanja sadržaja rastvorljivih materija u uzorku kafe su se kretale u opsegu od 22,42 (laboratorija 7) do 27,58% (laboratorija 15) sa srednjom vrednošću od 26,05% koja ujedno predstavlja i dodeljenu vrednost u odnosu na koju su dobijene vrednosti transformisane u tzv. z-rezultate. **Rezultati dobiveni u laboratoriji označenoj šifrom 7 pokazuju negativno odstupanje u odnosu na dodeljenu vrednost i nalaze se u granicama koje označavaju diskutabilne rezultate ($|2| < z < |3|$)**. Primenom Grubb-ovog

testa je utvrđeno da rezultat dobijen u ovoj laboratoriji predstavlja statistički outlier, te 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 laboratorijskih učesnika su u granicama koje oslikavaju njihovu dobru sposobnost za određivanje sadržaja rastvorljivih materija u uzorku kafe. Proširena merna nesigurnost koja proizlazi iz rezultata međulaboratorijskog poređenja iznosi 0,40%.