

AZƏRBAYCAN QIDA TƏHLÜKƏSİZLİYİ İNSTITUTU
SƏRİŞTƏLİLİK SINAQ NƏTİCƏLƏRİ HAQQINDA HESABAT

HESABAT

Yağlılıq, nəmlik, quru maddə təyini
KİM002/24

Ünvan: Bakı, Binəqədi rayonu, Süleyman Sani Axundov küçəsi 73C
Telefon: (012) 377 00 20
Qaynar xəət: 1003
E-mail: info.pt@afsa.gov.az

Ümumi məlumat:

Səriştəlilik sınağının adı və kodu: **Yağlılıq, nəmlik, quru maddə təyini – KİM002/24**

Sınaq materialının təqdim edildiyi tarix: **23 avqust 2024-cü il**

Nəticələrin son təqdim edildiyi tarix: **3 sentyabr 2024-cü il**

Hesabatın təqdim edildiyi tarix: **16 sentyabr 2024-cü il**

Hesabatı hazırladı :

Cabbarova Əfsanə Nizami qızı
Keyfiyyət nəzarət departamentinin
Keyfiyyət üzrə daxili audit şöbəsinin böyük mütəxəssisi

Hesabatı yoxladı :

Babayeva Nərmin Məsim qızı
Analitik Ekspertiza Mərkəzinin müdir müavini

İsmayılzadə Vüqar Şahin oğlu
Keyfiyyət nəzarət departamentinin müdiri

Sulyayeva Elina Vəzirovna
İdarə Heyətinin sədr müavini

Hesabatı təsdiq etdi :

Əliyeva Tamilla Aliyevna
İdarə Heyətinin sədri səlahiyyətlərini
müvəqqəti icra edən sədr müavini

1. GİRİŞ

1.1. Səriştəlilik sınaqları

Səriştəlilik sınaqları "ISO/IEC 17043 Uyğunluğun Qiymətləndirilməsi - Səriştəlilik Sınaqlarına Ümumi Tələblər" standartında laboratoriyalararası müqayisə yolu ilə əvvəlcədən müəyyən edilmiş meyarlara uyğun olaraq iştirakçının fəaliyyətinin qiymətləndirilməsi kimi müəyyən edilmişdir. Səriştəlilik sınaqları iştirakçı laboratoriyaların səriştəsini müstəqil şəkildə qiymətləndirmək məqsədi daşıyır. Təsdiqlənmiş metodlar və daxili keyfiyyətə nəzarət elementləri ilə birlikdə səriştəlilik sınaqları laboratoriyada keyfiyyət təminatının əvəzsiz elementidir.

Səriştəlilik sınaqlarının nəticələri xarici keyfiyyətə nəzarət vasitəsi kimi laboratoriyalara analiz nəticələrinin düzgünlüyünün və etibarlılığının təmin edilməsi, sınaq nəticələrinin keyfiyyətinin, eləcə də personalın səriştəliliyinin artırılmasına, rutin analizlərin obyektiv qiymətləndirilməsinə, laboratoriyanın fəaliyyətinin texniki inkişafının təşviqinə və rəy/şərhlərin əldə edilməsinə imkan verir.

Səriştəlilik sınaq proqramına qatılmış laboratoriyaların əldə etdikləri sınaq nəticələri "Qida təhlükəsizliyi haqqında" Azərbaycan Respublikasının 2022-ci il 5 may tarixli 523-VIQ nömrəli Qanununa əsasən Azərbaycan Respublikasının Qida Təhlükəsizliyi Agentliyi tərəfindən tanınır və etibarlı hesab edilir.

Sınaqların heç bir mərhələsində (nümunələrin hazırlanmasından nəticələrin verilməsinədək) subpodratçılardan istifadə edilmir.

2. GİZLİLİK

Məxfilik siyasətinə uyğun olaraq iştirakçılar və onların nəticələri haqqında məlumat heç bir halda üçüncü şəxslərə təqdim edilməməkdədir. İştirakçıların nəticələri konfidensiallığı qorumaq məqsədilə individual laboratoriya nömrələri ilə açıqlanır.

3. SINAQ MATERIALI

3.1. Səriştəlilik sınaq nümunəsinin tipi (Matriks)

KİM002/24 kod altında təşkil edilmiş şəriştəlilik sınaqlarında matriks olaraq qida məhsulu (yağ (süd yağı)) nümunəsi hazırlanmışdır.

3.2. Səriştəlilik sınaq nümunələrin hazırlanması

Təqdim edilmiş sınaq nümunələrində (yağ (süd yağı)) yağlılıq, nəmlik və quru maddənin təyin edilməsi nəzərdə tutulmuşdur. Pərakəndə satışdan alınan yağ nümunəsinin ISO/IEC 17043 standartının tələblərinə uyğun olaraq laboratoriyada nümunə hazırlığı prosesi həyata keçirilmişdir. Səriştəlilik sınaqlarına qatılacaq hər bir sınaq laboratoriyası üçün hazırlanmış nümunələr steril qablarda təqdim edilmişdir.

3.3. Nümunələrin iştirakçılara təqdim edilməsi

Hazırlanan hər bir nümunə göndərilənədək +6-8°C dərəcədə saxlanmış və temperatur tələblərinə əməl olunaraq 23 avqust 2024-cü il tarixində ümumilikdə 8 iştirakçı

laboratoriyaya təqdim edilmişdir. Sınaq nümunələrinin saxlanma şəraiti, həyata keçiriləcək analizlər və nəticələrin təqdim edilmə tarixi barədə məlumatların yer aldığı “Məlumat vərəqəsi forması” AQTİ-F-007 iştirakçılara nümunələrlə birlikdə təqdim edilir.

3.4. Homogenlik və stabillik

Yağlılıq, nəmlik və quru maddə parametrlərinin hər biri üçün nümunələrin hazırlanması zamanı nümunədə homogenlik və stabillik sınaqları həyata keçirilmişdir. Hər üç parametr üzrə sınaqlar ISO 13528-ə əsasən həyata keçirilmiş və kifayət qədər homogen və stabil nəticələr əldə edilmişdir.

4. NƏTİCƏLƏRİN STATİSTİK DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

Hər parametr üçün həqiqi dəyəri (assigned value) və standart kənarlaşmanı (standard deviation) müəyyən etmək məqsədilə referens metod istifadə edilərək təkrar ölçmələrdən əldə edilən nəticələr statistik təhlil edilmiş və qeyri-müəyyənlik nəzərə alınmışdır. Həqiqi dəyərlər daha sonra hər bir nəticə üçün z dəyərini hesablamaq məqsədilə səriştəlilik üçün standart kənarlaşma ilə birlikdə istifadə edilmişdir.

İştirakçı sayı $n \geq 4$ olduğuna görə median həqiqi dəyər (assigned value) olaraq seçilmişdir. Kənar (outlier) dəyərlərin müəyyən edilməsi üçün Grubbs' Testindən istifadə olunmuşdur.

İştirakçılar tərəfindən təqdim edilən nəticələr və z dəyərləri Cədvəl 2-də əks olunmuşdur.

4.1. Həqiqi dəyər (assigned value)

Səriştəlilik sınaq materialında yağlılıq, nəmlik və quru maddə parametrləri üzrə həqiqi dəyər (X_{pt}) iştirakçılar tərəfindən təqdim olunan nəticələr əsasında sağlam (robust) statistik metodla müəyyən edilmiş konsensus dəyəri (consensus value) əsasında təyin edilmişdir.

Həqiqi dəyərin qeyri-müəyyənliyi aşağıdakı formula ilə müəyyən edilmişdir:

$$u(X_{pt}) = 1.25 \frac{s^*}{P}$$

s^* : sağlam (robust) standart kənarlaşma

P : Uyğun nəticələrin sayı

Yağlılıq, nəmlik və quru maddə üçün təyin edilmiş dəyərin qeyri-müəyyənliyi ($u(X_{pt})$) müəyyən edilərək səriştəlilik standart kənarlaşması (σ_{pt}) ilə müqayisə edilmiş və qeyri-müəyyənliyin nəzərə alınıb-alınmaması qiymətləndirilmişdir. Yağlılıq və nəmlik üçün $u(X_{pt}) \leq 0.3\sigma_{pt}$ şərti yerinə yetirildiyi üçün qeyri-müəyyənlik nəzərə alınmamış, lakin quru maddə parametri üzrə $u(X_{pt}) \leq 0.3\sigma_{pt}$ şərtini qarşılamadığı üçün təyin edilmiş dəyərin qeyri-müəyyənliyi performans balı (z-score) hesablamasına daxil edilmişdir. Səriştəlilik üçün təyin edilmiş Həqiqi dəyərlər və Standart kənarlaşmalar Cədvəl 3-də əks olunmuşdur.

4.2. Fərdi z-dəyərləri

İştirakçıların **z dəyərləri** və ya **z' dəyərləri** (z prime və ya modifikasiya olunmuş z dəyəri) aşağıdakı cədvəl 1-də qeyd olunmuş düsturla hesablanmışdır:

Cədvəl 1. z dəyərləri və ya z' dəyərləri hesablanma düsturu

z dəyərləri	z' dəyərləri
$z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$	$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$
<p>x_i = iştirakçılar tərəfindən təqdim edilən nəticə x_{pt} = həqiqi dəyər σ_{pt} = standart kənarçıxma göstəricisi</p>	<p>x_i = iştirakçılar tərəfindən təqdim edilən nəticə x_{pt} = həqiqi dəyər σ_{pt}^2 = standart kənarçıxma göstəricisi $u^2(x_{pt})$ = qeyri-müəyyənliyin göstəricisi</p>

5. NƏTİCƏLƏR

SƏRİŞTƏLİLİK SINAĞININ NƏTİCƏLƏRİ

Cədvəl 2. Yağlılıq, nəmlik və quru maddə üçün nəticələr və z dəyərləri

Laboratoriya №si	Parametrlərin adları					
	Yağlılıq, qr/100qr		Nəmlik, qr/100qr		Quru maddə, qr/100qr	
	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z' dəyəri
LAB_01	87.95	0.32	10.55	-1.51	1.5	-0.45
LAB_02	82.2	0.00	15.7	-0.03	2.1	0.50
LAB_03	82.09	-0.01	16.12	0.09	1.72	-0.10
LAB_04	81.52	-0.04	16.63	0.24	1.85	0.10
LAB_05	82.2	0.00	15.8	0.00	1.99	0.33
LAB_06	83.5	0.07	14.65	-0.33	1.85	0.10
LAB_07	83.2	0.06	16	0.06	0.8	-1.57
LAB_08	84.36	0.12	15.64	-0.05	1.27	-0.82

Cədvəl 3: Səriştəlilik üçün təyin edilmiş Həqiqi dəyərlər və Standart kənarlaşmalar

Parametr	Məlumat nöqtələri, n	Həqiqi dəyər, x_a	Ölçü vahidi	Qeyri-müəyyənlik, u	Standart kənarlaşma, σ_p
Yağlılıq	8	82.20	qr/100qr	1.03	1.64
Nəmlik	8	15.80	qr/100qr	0.54	0.86
Quru maddə	8	1.78	qr/100qr	0.49	0.78

6. DƏYƏRLƏNDİRMƏ MEYARLARI

Dəyərləndirmə meyarları ISO 13528 "Laboratoriyalararası müqayisə ilə səriştəlilik testində istifadə üçün statistik metodlar" standartının 9.4 və 9.5 bəndlərinə əsasən təyin edilir. Həmin standartın müvafiq bəndlərinə əsasən laboratoriyalararası standart kənarlaşma həddi nəzərə alınaraq, müvafiq qaydada **z dəyəri** və ya **z' dəyəri** hesablanır. Laboratoriyalararası standart kənarlaşma həddi və sınaq nümunəsindən irəli gələn qeyri-müəyyənlik qarşılaşdırması sınaq nümunəsindən irəli gələn qeyri-müəyyənliyin nəzərə alınmasında əsas meyar hesab olunur.

Həmin standartın müvafiq bəndlərinə əsasən əldə edilmiş z və z' dəyərlərinin şərhətmə qaydaları aşağıdakı cədvəldə (Cədvəl 4) göstərilmişdir.

Cədvəl 4. z və z' dəyərlərinin qiymətləndirmə meyarları

z və z' dəyərləri	Şərhətmə qaydaları
$z, z' \leq -3$ və ya $z, z' \geq 3$	Laboratoriya nəticəsi uyğunsuz hesab olunur.
$-3 < z, z' \leq -2$ və ya $2 \leq z, z' < 3$	Laboratoriya nəticəsi şübhəlidir, araşdırılmalıdır.
$-2 < z, z' < 2$	Laboratoriya nəticəsi uyğundur. (Sıfıra yaxınlıq, dəqiqlik göstəricisidir.)

7. NƏTİCƏLƏRİN DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

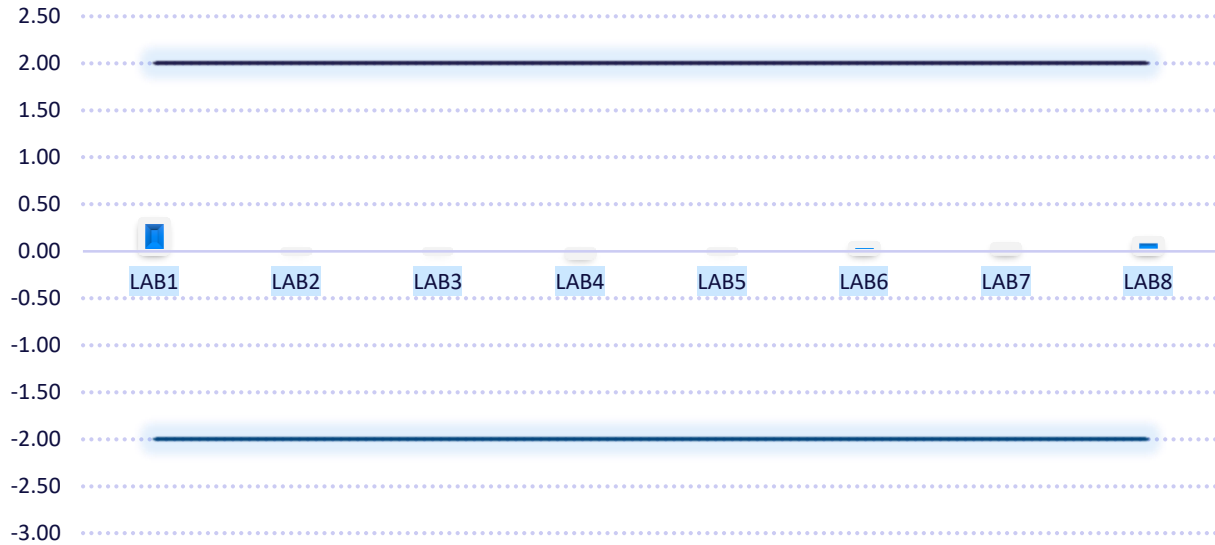
Qeyri-müəyyənlik laboratoriyalar tərəfindən təqdim edilmiş nəticələrə əsasən **Yağlılıq, nəmlik və quru maddənin** qiymətləndirilməsində nəzərə alınmışdır. Müvafiq olaraq, həmin parametrlər üzrə z dəyərləri hesablanmışdır. Nəticələr müvafiq cədvəldə (Cədvəl 1) və qrafikdə göstərilmişdir.

Z-DƏYƏRLƏRİ

Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində yağlılıq miqdarı üzrə səriştəlilik sınağında iştirak etmiş hər bir laboratoriya (LAB_01, LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07 və LAB_08) tərəfindən təyin edilmişdir. Həmin laboratoriyaların z dəyərləri isə 1 və -1 aralığında

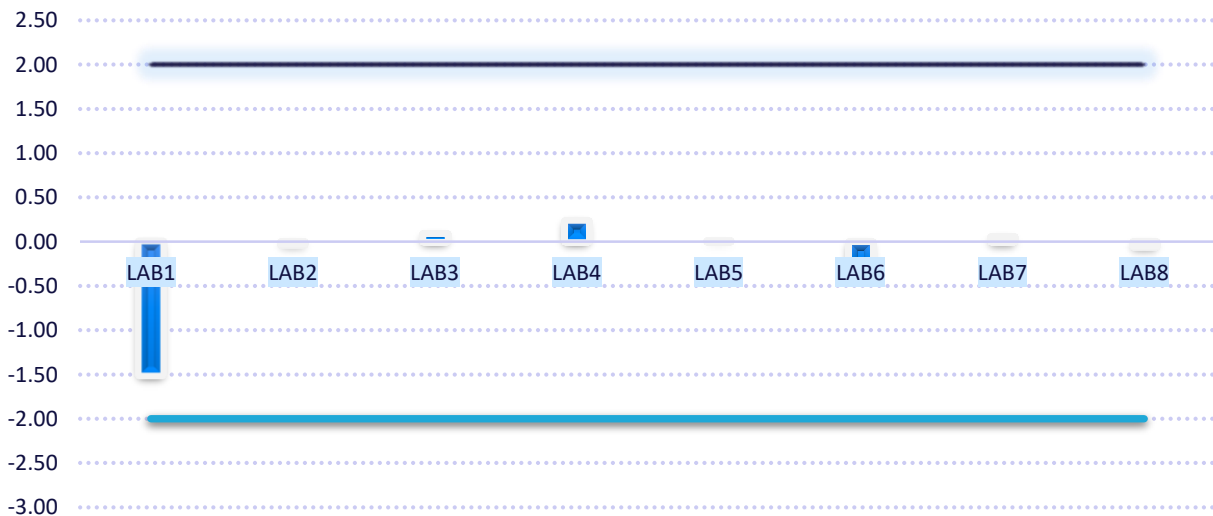
(müvafiq olaraq: 0.32; 0.00; -0.01; -0.04; 0.00; 0.07; 0.06; 0.12) dəyişir. Müvafiq qrafik aşağıda göstərilmişdir.

YAĞLILIQ ÜÇÜN Z DƏYƏRLƏRİ



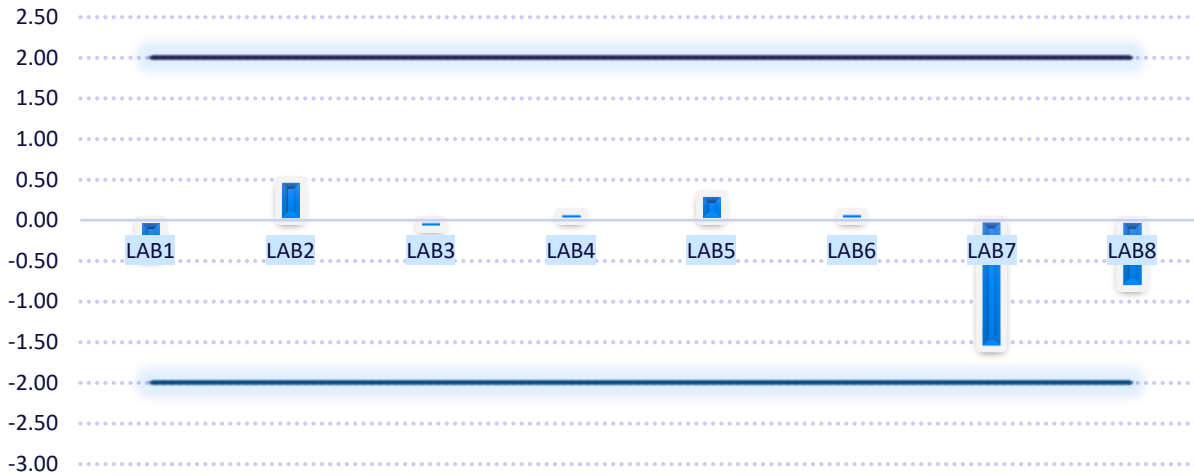
Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində nəmlik miqdarı üzrə səriştəlilik sınağında iştirak etmiş bütün laboratoriyalar tərəfindən təyin edilmişdir. Həmin laboratoriyaların birinin (LAB_01) z dəyəri -2 və -1 aralığında (-1.51), digərlərinin (LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07 və LAB_08) z dəyərləri isə -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.03; 0.09; 0.24; 0.00; -0.33; 0.06; -0.05) dəyişir. Müvafiq qrafik aşağıda göstərilmişdir.

NƏMLİK ÜÇÜN Z DƏYƏRLƏRİ



Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində quru maddə miqdarı da səriştəlilik sınağında iştirak etmiş hər bir laboratoriya tərəfindən təyin edilmişdir. Quru maddə parametri üzrə $u(X_{pt}) \leq 0.3\sigma_{pt}$ şərtini qarşılamadığı üçün sınaq nümunəsindən gələn ölçmə qeyri-müəyyənliyinin nəzərə alınmasını zəruri hala gətirmişdir. Həmin laboratoriyalardan birinin (LAB_07) z' dəyəri -2 və -1 aralığında (-1.57), digərlərinin (LAB_01, LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_08) z' dəyərləri isə -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.45; 0.50; -0.10; 0.10; 0.33; 0.10; -0.82) dəyişir. Müvafiq qrafik aşağıda göstərilmişdir.

QURU MADDƏ ÜÇÜN Z' DƏYƏRLƏRİ



8. İŞTİRAKÇILAR TƏRƏFİNDƏN İSTİFADƏ OLUNAN METODLARA DAİR MƏLUMAT

8.1. İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu

Yağlılıq

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
Xeyr	

Nəmlik

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
Xeyr	

Quru maddə

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
Xeyr	

8.2. İstifadə olunan metodun kateqoriyası**Yağlılıq**

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_03; LAB_06; LAB_07
Regional**	LAB_01; LAB_02; LAB_04; LAB_05;
In house ***	

Nəmlik

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_03; LAB_07
Regional**	LAB_01; LAB_02; LAB_04; LAB_05; LAB_06
In house ***	

Quru maddə

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_07
Regional**	LAB_01; LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
In house ***	

*Beynəlxalq təşkilatlar tərəfindən hazırlanmış metodlar (İSO, AOAC, EN, OİV, NMKL və s.)

**Dövlətlərarası standartlar (QOST, TSE və s.)

***Laboratoriya tərəfindən hazırlanmış və ya təkmilləşdirilmiş metodlar

9. İSTİNAD SƏNƏDLƏR

- 1. İSO/IEC 17043** "Səriştəlilik sınaqlarına dair ümumi tələblər"
- 2. İSO 13528** "Laboratoriyalararası müqayisə ilə səriştəlilik testində istifadə üçün statistik metodlar"

3. Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. *Analyst*, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.
4. Thompson, M., Ellison, S.L.R. and Wood, R., 2006, The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, *Pure Appl. Chem.*, 78, No. 1, 145–196.
5. **ISO 5725-2**, 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