



AZƏRBAYCAN QIDA TƏHLÜKƏSİZLİYİ İNSTITUTU

SƏRİŞTƏLİLİK SINAQ NƏTİCƏLƏRİ HAQQINDA HESABAT

HESABAT

Turşuluq ədədi və peroksid ədədinin təyini
KİM004/24



Ünvan: Bakı, Binəqədi rayonu, Süleyman Sani Axundov küçəsi 73C

Telefon: (012) 377 00 20

Qaynar xətt: 1003

E-mail: info.pt@afsa.gov.az

Ümumi məlumat:

Səriştəlilik sınağının adı və kodu: **Turşuluq ədədi və peroksid ədədinin təyini – KİM004/24**

Sınaq materialının təqdim edildiyi tarix: **16 oktyabr 2024-cü il**

Nəticələrin son təqdim edildiyi tarix: **25 oktyabr 2024-cü il**

Hesabatın təqdim edildiyi tarix: **25 noyabr 2024-cü il**

Hesabatı hazırladı :

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

Hesabatı yoxladı :

Qocayeva Tünzalə Firdovsi qızı
Analitik Ekspertiza Mərkəzinin müdiri

İsmayılzadə Vüqar Şahin oğlu
Keyfiyyət nəzarət departamentinin müdiri

Əliyeva Tamilla Aliyevna
İdarə Heyətinin sədr müavini

Hesabatı təsdiq etdi :

Nəbiyev Əli Tahir oğlu
İdarə Heyətinin sədri

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)

KİM004/24 kod altında təşkil edilmiş şəriştəlilik sınaqlarında matriks olaraq qida məhsulu (bitki yağı) nümunəsi hazırlanmışdır.

3.2. Səriştəlilik sınaq nümunələrin hazırlanması

Təqdim edilmiş sınaq nümunələrində (bitki yağı) turşuluq ədədi və peroksid ədədinin təyin edilməsi nəzərdə tutulmuşdur. Pərakəndə satışdan alınan bitki yağı 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 plastik qablarda təqdim edilmişdir.

3.3. Nümunələrin iştirakçılara təqdim edilməsi

Hazırlanan hər bir nümunə göndərilənədək +6-8°C dərəcədə saxlanmış və temperatur tələblərinə əməl olunaraq 16 oktyabr 2024-cü il tarixində ümumilikdə 7 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

Turşuluq ədədi və peroksid ədədi parametrlərinin hər biri üçün nümunələrin homogenliyinin təyini üzrə sınaqlar ISO 13528 standartına əsasən aparılmışdır. Nümunələr iştirakçılara göndərilməzdən əvvəl təsadüfi seçilmiş 10 nümunə iki paralel olaraq analiz edilmişdir. Statistik qiymətləndirmə nəticələrinə əsasən homogenliyin norma daxilində olması təsdiqlənmişdir ($s_s \leq 0.3\sigma_{pt}$). Homogenlik məlumatları və statistik qiymətləndirmə nəticələri Cədvəl 1-də verilmişdir.

Cədvəl 1. Homogenlik analizi məlumatları və statistik qiymətləndirmə

Homogenlik analizinin xülasəsi	Turşuluq ədədi mg KOH/q	Peroksid ədədi mEqO ₂ /kg
Nümunə sayı, n	10	10
Orta qiymət (average)	0.20	8.60
s_x (nümunələrin ortalamasının standart kənarlaşma dəyəri)	0.01	0.24
s_w (nümunə daxili standart kənarlaşma dəyəri)	0.02	0.34
s_s (nümunələrarası standart kənarlaşma dəyəri)	0.00	0.03
σ_{pt}	0.04	1.89
Kritik dəyər $0,3\sigma_{pt}$	0.01	0.57
$s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$	Uyğundur	Uyğundur

Stabillik analizi sınaq materialının məruz qalacağı bütün təsirlər nəzərə alınaraq ISO 13528 standartına əsasən həyata keçirilmişdir. Belə ki, nümunələr iştirakçılara təqdim edilməzdən əvvəl və sonra iki nümunə iki paralel olaraq analiz edilmişdir. Əldə edilən nəticələrin orta qiyməti (y_2) ilə homogenlik analizi zamanı əldə edilən orta qiymət (y_1) arasındakı fərq müqayisə edilmiş və ($|y_1 - y_2| \leq 0.3\sigma_{pt}$) uyğunluğu yoxlanılmışdır. Statistik qiymətləndirmə nəticələrinə əsasən, stabillik kifayət qədər yüksək səviyyədə olmuşdur. Stabillik analizlərinin və statistik qiymətləndirmənin nəticələri ($|y_1 - y_2| \leq 0.3\sigma_{pt}$) Cədvəl 2- də verilmişdir. Stabillik analiz nəticələri göstərir ki, hazırlanmış sınaq nümunəsi nəticələrin təqdim edilmə tarixinədək kifayət qədər sabitdir.

Cədvəl 2. Stabillik analizi məlumatları və statistik qiymətləndirmə

Stabillik analizinin xülasəsi	Turşuluq ədədi mg KOH/q	Peroksid ədədi mEqO2/kg
Nümunə sayı, n	2	2
Homogenliyin orta qiyməti (y1)	0.20	8.60
Nəticələrin orta qiyməti (y2)	0.20	8.74
y1 - y2	0.00	0.14
σ_{pt}	0.04	1.89
Kritik dəyər 0,3 σ_{pt}	0.01	0.57
y1 - y2 ≤ 0,3 σ_{pt}	Uyğundur	Uyğundur

4. NƏTİCƏLƏRİN STATİSTİK DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

Hər parametrlər üçün həqiqi dəyəri (assigned value) və standart kənarlaşmanı (standard deviation) müəyyən etmək məqsədilə iştirakçılar tərəfindən təqdim edilən nəticələr statistik təhlil edilmişdir. 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 4-də əks olunmuşdur.

4.1. Həqiqi dəyər (assigned value)

Səriştəlilik sınaq materialında turşuluq ədədi və peroksid ədədi 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

Turşuluq ədədi və peroksid ədədi üçün təyin edilmiş dəyərin qeyri-müəyyənliyi ($u(X_{pt})$) müəyyən edilərək səriştəlilik standart kənarlaşması (σ_{pt}) ilə müqayisə edilmiş və qeyri-müəyyənliyin nəzərə alınb-alınmaması qiymətləndirilmişdir. Hər iki parametrlər üçün $u(X_{pt}) \leq$

$0.3\sigma_{pt}$ şərti yerinə yetirildiyindən qeyri-müəyyənlik nəzərə alınmamışdır. Səriştəlilik üçün təyin edilmiş Həqiqi dəyərlər və Standart kənarlaşmalar Cədvəl 5-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 3-də qeyd olunmuş düsturla hesablanmışdır:

Cədvəl 3. z dəyərləri və ya z' dəyərləri hesablanma düsturu

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

5. NƏTİCƏLƏR

SƏRİŞTƏLİLİK SINAĞININ NƏTİCƏLƏRİ

Cədvəl 4. Turşuluq ədədi və peroksid ədədi üçün nəticələr və z dəyərləri

Laboratoriya Nəsi	Parametrlərin adları			
	Turşuluq ədədi mg KOH/q		Peroksid ədədi mEqO2/kg	
	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z dəyəri
LAB_01	0.13	-0.85	9.30	0.11
LAB_02	0.13	-0.85	8.46	-0.31
LAB_03	0.25	2.56	9.08	0.00
LAB_04	0.15	-0.23	9.60	0.26
LAB_05	0.18	0.57	9.20	0.06
LAB_06	0.16	0.00	8.70	-0.19
LAB_07	0.18	0.57	8.90	-0.09

z dəyərindən kənarlaşma olan nəticələr $|z| > 2$ qalın **qırmızı şriftlə** göstərilmişdir.

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_{pt}
Turşuluq ədədi	7	0.16	mg KOH/q	0.04	0.035
Peroksid ədədi	7	9.08	mEqO2/kg	0.39	1.997

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 kənarçıxma həddi nəzərə alınaraq, müvafiq qaydada **z dəyəri** və ya **z' dəyəri** hesablanır. Laboratoriyalararası standart kənarçıxma 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.)

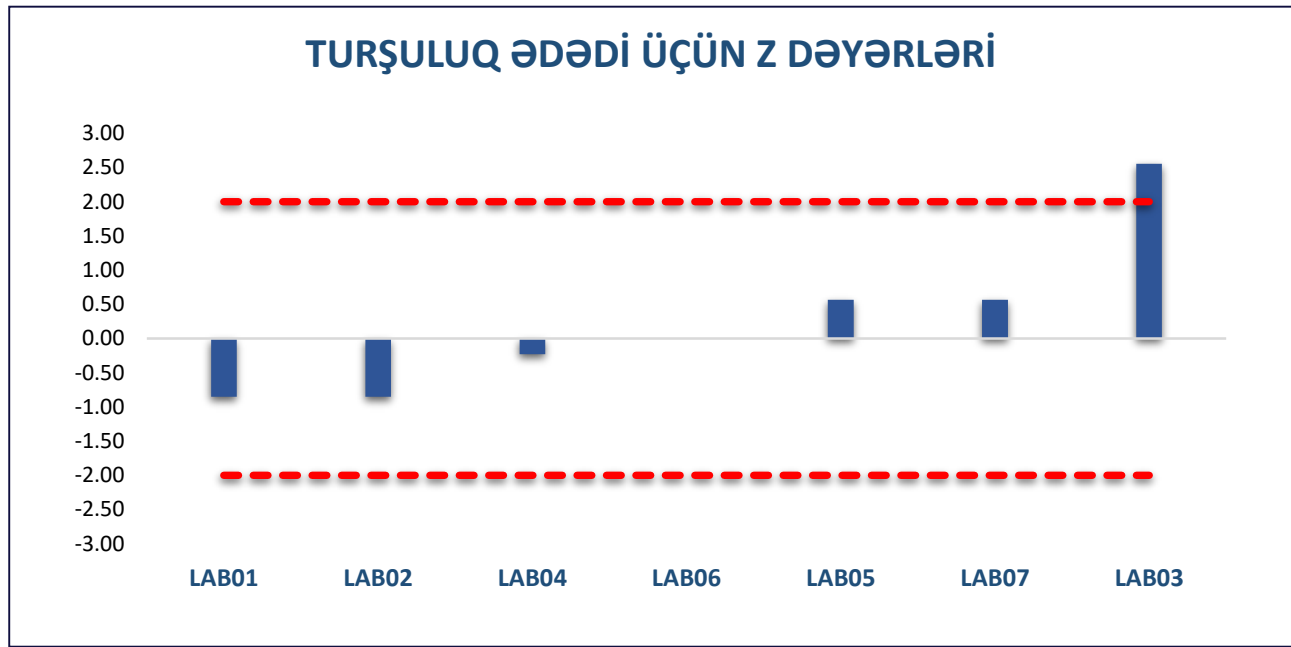
7. NƏTİCƏLƏRİN DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

Turşuluq ədədi və peroksid ədədinin qiymətləndirilməsində $u(X_{pt}) \leq 0.3\sigma_{pt}$ şərti yerinə yetirildiyi üçün qeyri-müəyyənlik laboratoriyalar tərəfindən təqdim edilmiş nəticələrə əsasən nəzərə alınmamışdır. Müvafiq olaraq, həmin parametrlər üzrə z dəyərləri hesablanmışdır. Nəticələr müvafiq cədvəldə (Cədvəl 1) və qrafikdə göstərilmişdir.

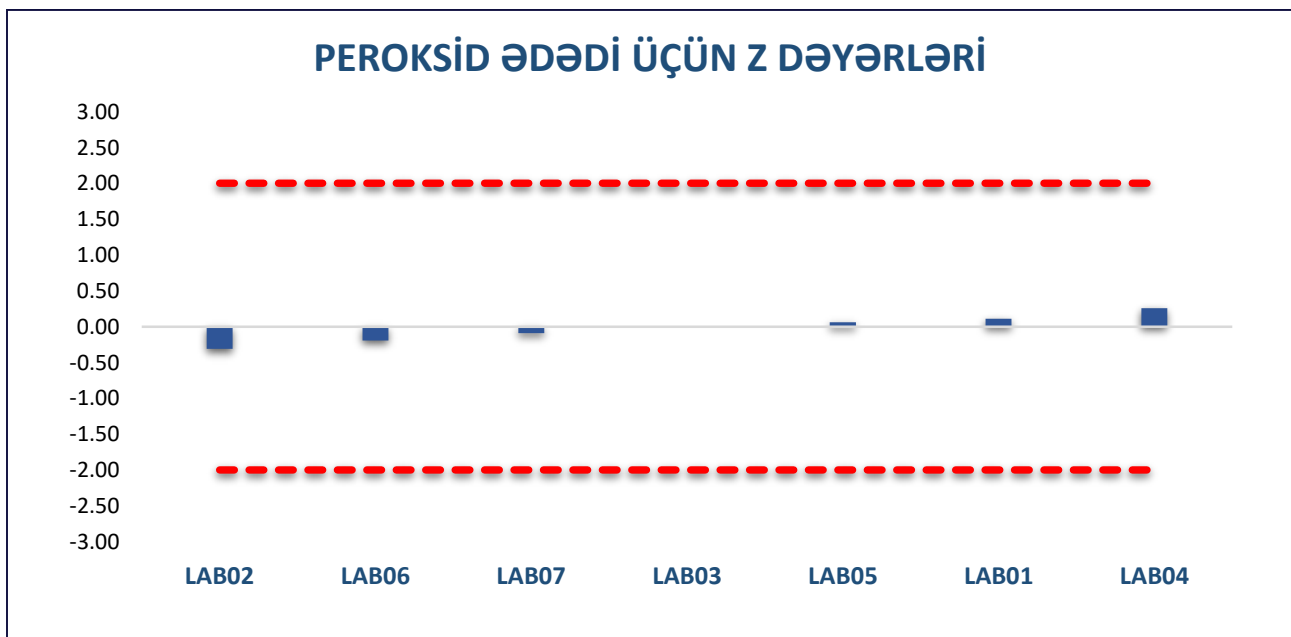
Z-DƏYƏRLƏRİ

Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində turşuluq ədədi miqdarı üzrə səriştəlilik sınağında iştirak etmiş hər bir laboratoriya (LAB_01, LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06 və LAB_07) tərəfindən təyin edilmişdir. Həmin laboratoriyaların birinin (LAB_03) z dəyəri 2 və

3 aralığında (2.56), digərlərinin (LAB_01, LAB_02, LAB_04, LAB_05, LAB_06 və LAB_07) z dəyərləri isə -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.85; -0.85; -0.23; 0.57; 0.00; 0.57) dəyişir.



Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində peroksid ədədi miqdarı üzrə səriştəlilik sınağında iştirak etmiş bütün laboratoriyalar tərəfindən təyin edilmişdir. Həmin laboratoriyaların (LAB_01, LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06 və LAB_07) z dəyərləri isə -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: 0.11; -0.31; 0.00; 0.26; 0.06; -0.19; -0.09) dəyişir. Müvafiq qrafik aşağıda göstərilmişdir.



8. İŞTİRAKÇILAR TƏRƏFİNDƏN İSTİFADƏ OLUNAN METODLARA DAİR MƏLUMAT

8.1. İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu

Turşuluq ədədi

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_01; LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
Xeyr	LAB_07

Peroksid ədədi

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_02; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_06
Xeyr	LAB_01; LAB_07

8.2. İstifadə olunan metodun kateqoriyası

Turşuluq ədədi

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

Peroksid ədədi

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_01; LAB_02; LAB_05; LAB_07
Regional**	LAB_03; LAB_04; 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. **ISO/IEC 17043** “Səriştəlilik sınaqlarına dair ümumi tələblər”
2. **ISO 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