

AZƏRBAYCAN QIDA TƏHLÜKƏSİZLİYİ İNSTITUTU

SƏRİŞTƏLİLİK SINAQ NƏTİCƏLƏRİ HAQQINDA HESABAT

HESABAT

Ümumi codluq, xloridlər, konduktivlik və ph
təyini
KİM003/24

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: **Ümumi codluq, xloridlər, konduktivlik, pH təyini KİM003/24**

Sınaq materialının təqdim edildiyi tarix: **18 sentyabr 2024-cü il**

Nəticələrin son təqdim edildiyi tarix: **30 sentyabr 2024-cü il**

Hesabatın təqdim edildiyi tarix: **10 oktyabr 2024-cü il**

Hesabatı hazırladı :

Bağirova Gültəkin Seymur qızı
Keyfiyyət nəzarət departamentinin
Keyfiyyət üzrə daxili audit şöbəsinin böyük mütəxəssisi

Hesabatı yoxladı :

Qocayeva Tünzalə Firdovsi qızı
Analitik Ekspertiza Mərkəzinin müdir müavini

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 edilməsinə, sınaq nəticələrinin keyfiyyətinin, eləcə də personalın səriştəliliyinin artırılmasına, rutin analizlərin obyektiv qiymətləndirilməsinə, laboratoriya 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)

KİM003/24 kod altında təşkil edilmiş şəriştəlilik sınaqlarında matriks olaraq su nümunəsi hazırlanmışdır.

3.2. Səriştəlilik sınaq nümunələrin hazırlanması

Təqdim edilmiş sınaq nümunələrində (su nümunəsi) ümumi codluq, xloridlər, konduktivlik və pH-in təyin edilməsi nəzərdə tutulmuşdur. Su 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 18 sentyabr 2024-cü il tarixində ümumilikdə 10 iştirakçı

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

3.4. Homogenlik və stabillik

Ümumi codluq, xloridlər, pH və konduktivlik 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 ($ss \leq 0.3\sigma_{pt}$). Homogenlik məlumatları və statistik qiymətləndirmə nəticələri Cədvəl 1-də verilmişdir.

Cədvəl 1. Homogenlik analizi məlumatları və statistik qiymətləndirmə

Homogenlik analizinin xülasəsi	Ümumi codluq, mol/m ³	Xloridlər, mq/l	pH	Konduktivlik (elektrik keçiriciliyi), $\mu S/cm$
Nümunə sayı, n	20	20	20	20
Orta qiymət (average)	4.77	14.53	7.826	478.93
s_x (nümunələrin ortalamasının standart kənarlaşma dəyəri)	0.23	0.35	0.04	3.26
s_w (nümunə daxili standart kənarlaşma dəyəri)	0.18	0.26	0.05	6.40
s_s (nümunələrarası standart kənarlaşma dəyəri)	0.19	0.29	0.01	0.00
σ_{pt}	1.05	3.20	1.72	105.36
Kritik dəyər $0.3\sigma_{pt}$	0.31	0.96	0.52	31.61
$s_s \leq 0.3\sigma_{pt}$	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur

Stabillik analizi sınaq materialının məruz qalacağı bütün təsirləri nəzərə alaraq ISO 13528 standartına əsasən həyata keçirilmişdir. Belə ki, nümunələr iştirakçılara təqdim edilməzdən əvvəl və sonra iki nümunə iki paralel olaraq (ümumilikdə 8 nəticə) 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	Ümumi codluq, mol/m ³		Xloridlər, mq/l		pH		Konduktivlik (elektrik keçiriciliyi), µS/sm	
Nümunə sayı, n	4	4	4	4	4	4	4	4
Homogenliyin orta qiyməti (y1)	4.77	4.77	14.53	14.53	7.83	7.83	478.93	478.93
Nəticələrin orta qiyməti (y2)	4.64	4.50	13.79	13.63	7.79	7.86	477.80	472.05
y1 - y2	0.13	0.27	0.74	0.90	0.04	0.04	1.13	6.88
σ _{pt}	3.20	1.05	3.20	3.20	1.72	1.72	105.36	105.36
Kritik dəyər 0,3σ _{pt}	0.96	0.31	0.96	0.96	0.52	0.52	31.61	31.61
y1 - y2 ≤ 0,3σ _{pt}	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur	Uyğundur

4. NƏTİCƏLƏRİN STATİSTİK DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

Hər parametrlər üçün həqiqi dəyəri (assigned value) və standart kənarçıxmanı (standard deviation) müəyyən etmək məqsədilə homogenlik və stabillik sınaqları zamanı əldə edilən ölçmələrin statistik təhlili edilmiş və qeyri-müəyyənlik nəzərə alınmışdır. Həqiqi dəyərlər daha sonra hər bir nəticə üçün z dəyərini hesablamaq məqsədilə səriştəlilik üçün standart kənarçıxma 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 3-də əks olunmuşdur.

4.1. Həqiqi dəyər (assigned value)

Səriştəlilik sınaq nümunəsində Ümumi codluq, xloridlər, pH və konduktivlik parametrləri üzrə həqiqi dəyərlər homogenlik və stabillik sınaqları zamanı əldə olunan nəticələr əsasında statistik metodla təyin edilmişdir.

Median məlumatların artan sıra ilə düzülməsi zamanı sıralamanın ortasında yerləşən dəyərdir. Əgər məlumat sıralama cüt sayda dəyər varsa, median ortadakı iki dəyərin ortalamasıdır. İştirakçı laboratoriyaların nəticələrini qiymətləndirmək üçün hər bir laboratoriya üçün z-dəyərlər statistik olaraq ISO 17043 standartına uyğun olaraq hesablanmışdır.

4.2. Səriştəlilik üçün standart kənarlaşma

Səriştəlilik üçün standart kənarlaşmanı hesablamaq məqsədilə, təsadüfi seçilmiş nümunələrin homogenlik sınaqları zamanı iki paralel ölçmə ilə əldə edilmiş (hər bir parametrlər

üzrə 20 nəticə) nəticələrin standart kənarlaşmaları ilə sabillik sınaqları zamanı iki fərqli tarixdə ümumilikdə 4 nümunənin iki paralel analizlərindən əldə edilmiş standart kənarlaşma dəyərləri toplanmışdır.

Bu məlumatlara əsasən, səriştəlilik üçün təyin edilmiş həqiqi dəyərlər və standart kənarlaşmalar Cədvəl 4-də təqdim edilmişdir.

4.3. Fərdi z-dəyərləri

İştirakçıların **z dəyərləri** aşağıda qeyd olunmuş düsturla hesablanmışdır.

$$z = \frac{(x_i - x_{pt})}{S_{pt}}$$

x_i = iştirakçılar tərəfindən təqdim edilən nəticə

x_{pt} = həqiqi dəyər

S_{pt} = standart kənarlaşma göstəricisi

5. NƏTİCƏLƏR

SƏRİŞTƏLİLİK SINAĞININ NƏTİCƏLƏRİ

Cədvəl 3. Ümumi codluq, xloridlər, konduktivlik və pH üçün nəticələr və z dəyərləri

Laboratoriya №	Parametrlərin adları							
	Ümumi codluq, mol/m ³		Xloridlər, mq/l		pH		Konduktivlik (elektrik keçiriciliyi), µS/sm	
	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z dəyəri	Nəticə	Z dəyəri
LAB_01	3.96	-1.63	2.9	-9.02	7.57	-0.65	489	0.61
LAB_02	–	–	–	–	7.2	-1.60	–	–
LAB_03	0.002	-10.34	21	4.99	7.7	-0.32	392	-4.06
LAB_04	3.95	-1.65	15	0.35	7.96	0.35	489	0.61
LAB_05	4.75	0.11	16.5	1.51	7.99	0.42	475	-0.06
LAB_06	4.6	-0.22	14.02	-0.41	7.82	-0.01	481	0.22
LAB_07	4.8	0.22	14.3	-0.19	7.85	0.06	483.6	0.35
LAB_08	2.13	-5.66	44	22.80	7.8	-0.06	498	1.04
LAB_09	4.25	-0.99	–	–	7.7	-0.32	–	–
LAB_10	5	0.66	14.4	-0.12	8.4	1.47	–	–

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

Cədvəl 4: Səriştəlilik üçün təyin edilmiş Həqiqi dəyərlər və Standart kənarlaşmalar

Parametr	Məlumat nöqtələri, n	Həqiqi dəyər, x_{pt}	Ölçü vahidi	Standart kənarlaşma, S_p
Ümumi codluq	20	4.70 (m)	mol/m ³	0.45
Xloridlər	20	14.55 (m)	mq/l	1.29
pH	20	7.83 (m)	–	0.39
Konduktivlik (elektrik keçiriciliyi)	20	476.35 (m)	μS/sm	20.78

m =median həqqi dəyər olaraq hesablanmışdır.

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 kənaraçıxma həddi nəzərə alınaraq, müvafiq qaydada **z dəyəri** və ya **z' dəyəri** hesablanır. Laboratoriyalararası standart kənaraçıxma 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 5) göstərilmişdir.

Cədvəl 5. 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)

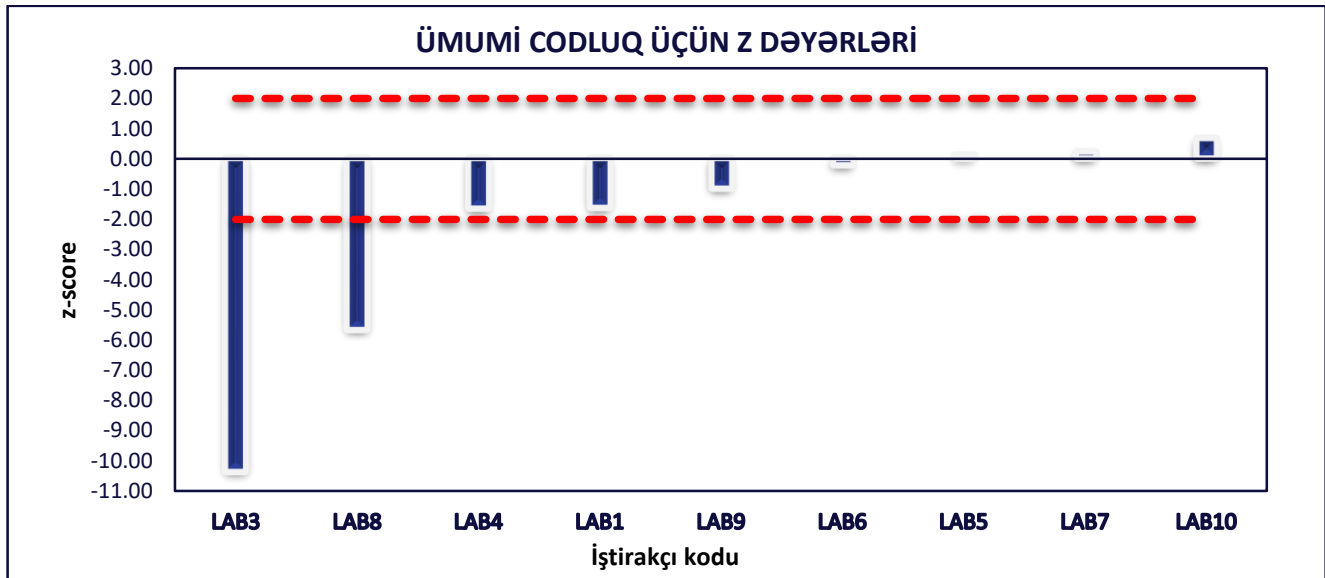
7. NƏTİCƏLƏRİN DƏYƏRLƏNDİRİLMƏSİ

Hər bir iştirakçının performansı ISO 13528 Standartına uyğun olaraq z -dəyəri ilə ifadə edilmişdir. Nəticələr müvafiq cədvəldə (Cədvəl 3) və qrafiklərdə göstərilmişdir.

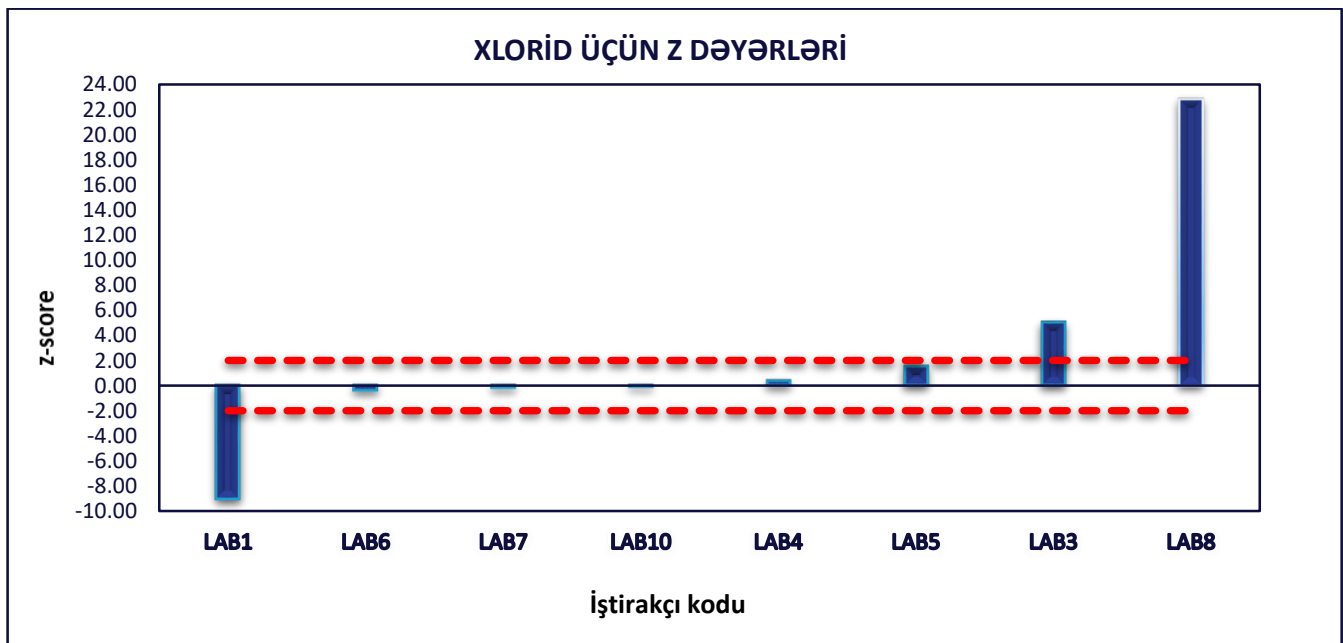
Z-DƏYƏRLƏRİ

Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində **ümumi codluq** ümumilikdə 9 sınaq laboratoriyası (LAB_01, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07, LAB_08, LAB_09 və LAB_10) tərəfindən təyin edilmişdir. Həmin laboratoriyalardan (LAB_09, LAB_06, LAB_05, LAB_07 və LAB_010) z dəyərləri -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.99; -0.22; 0.11; 0.22; 0.66),

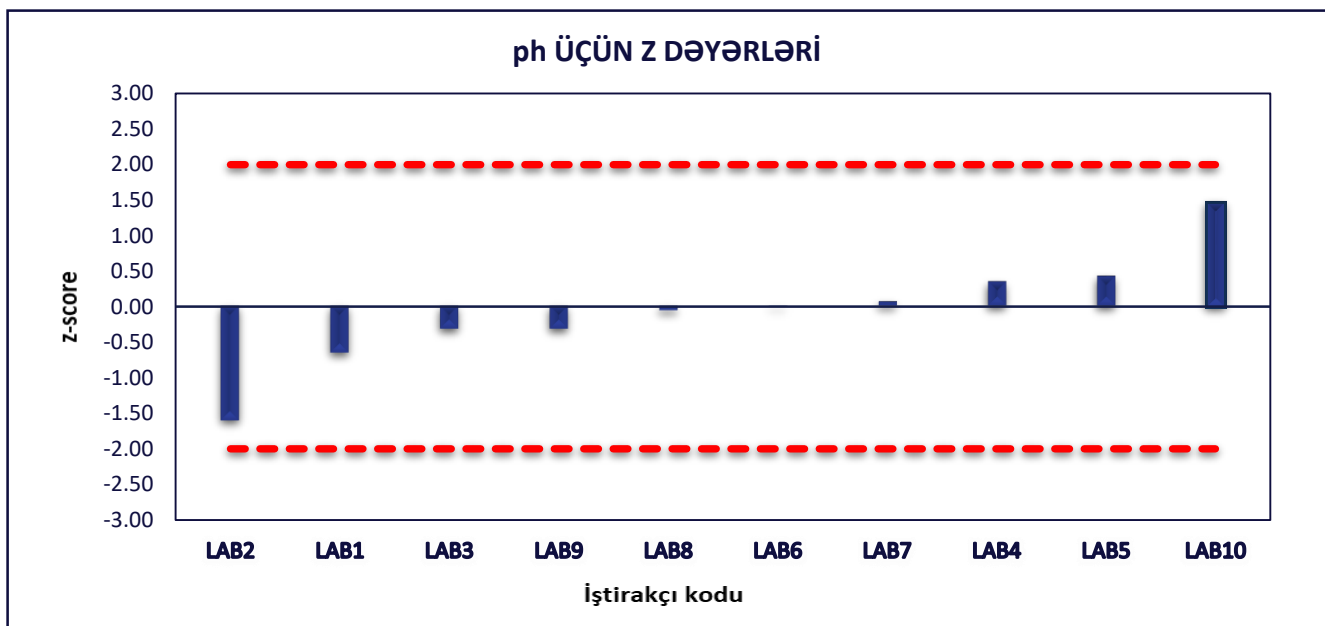
digərlərinin (LAB_04 və LAB_01) z dəyərləri -1 və -2 aralığında (müvafiq olaraq: -1.65 və -1.63), digərlərinin LAB_03 və LAB_08 z dəyərləri (müvafiq olaraq: **-10.34** və **-5.66**) aralığında dəyişir. Qeyd edilənlərə uyğun olaraq, qrafik aşağıda göstərilmişdir.



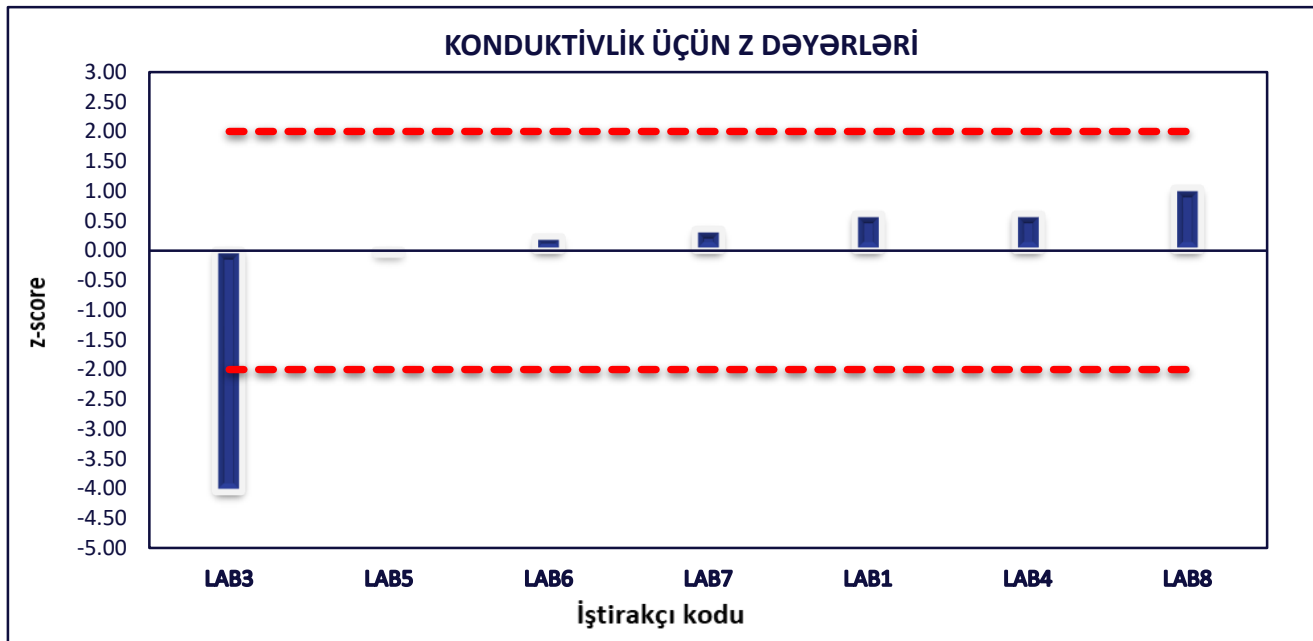
Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində **xloridlərin təyini** üzrə səriştəlilik sınağında ümumilikdə 8 sınaq laboratoriyası (LAB_01, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07, LAB_08 və LAB_10) iştirak etmişdir. Həmin laboratoriyalarda (LAB_06, LAB_07, LAB_010 və LAB_04) z dəyərləri -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.41; -0.19; -0.12; 0.35), LAB_05 z dəyəri (1.51) digərlərinin (LAB_01, LAB_03 və LAB_08) z dəyərləri (müvafiq olaraq: **-9.02**; **4.99**; **22.80**) dəyişir. Qeyd edilənlərə uyğun olaraq, qrafik aşağıda göstərilmişdir.



Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində **pH-in təyini** üzrə səriştəlilik sınağında ümumilikdə 10 sınaq laboratoriyası (LAB_01, LAB_02, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07, LAB_08, LAB_09 və LAB_10) iştirak etmişdir. Həmin laboratoriyalardan (LAB_01, LAB_03, LAB_09, LAB_08, LAB_06, LAB_07, LAB_04 və LAB_05) z dəyərləri -1 və 1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.65; -0.32; -0.32; -0.06; -0.01; 0.06; 0.35; 0.42), bunlardan birinin LAB_02 z dəyəri (-1.60), LAB_10 z dəyəri isə (1.47) aralığında dəyişir. Qeyd edilənlərə uyğun olaraq, qrafik aşağıda göstərilmişdir.



Təqdim edilmiş sınaq nümunəsində **konduktivliyin təyini** üzrə səriştəlilik sınağında ümumilikdə 7 sınaq laboratoriyası (LAB_01, LAB_03, LAB_04, LAB_05, LAB_06, LAB_07 və LAB_08) iştirak etmişdir. Həmin laboratoriyalardan beş laboratoriyanın (LAB_05, LAB_06, LAB_07, LAB_01 və LAB_04) z dəyərləri 1 və -1 aralığında (müvafiq olaraq: -0.06; 0.22; 0.35; 0.61; 0.61), LAB_08 z dəyəri (1.04), LAB_03 z dəyəri isə (**-4.06**) aralığında dəyişir. Qeyd edilənlərə uyğun olaraq qrafik aşağıda göstərilmişdir.



8. İŞTİRAKÇILAR TƏRƏFİNDƏN İSTİFADƏ OLUNAN METODLARA DAİR MƏLUMAT

8.1. İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu

Ümumi codluq

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_01; LAB_03; LAB_05; LAB_06; LAB_10;
Xeyr	LAB_04; LAB_07; LAB_08; LAB_09;

Xloridlər

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_01; LAB_05; LAB_06; LAB_10;
Xeyr	LAB_03; LAB_04; LAB_07; LAB_08;

pH

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_01; LAB_02; LAB_03; LAB_05; LAB_06; LAB_10;

Xeyr	LAB_04; LAB_07; LAB_08; LAB_09;
------	---------------------------------

Konduktivlik

İstifadə olunan metodun akkreditasiya statusu	Laboratoriya №
Bəli	LAB_01; LAB_05; LAB_06;
Xeyr	LAB_03; LAB_04; LAB_07; LAB_08;

8.2. İstifadə olunan metodun kateqoriyası

Ümumi codluq

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_06; LAB_08;
Regional**	LAB_01; LAB_03; LAB_04; LAB_05; LAB_07; LAB_09; LAB_10;
In house ***	–

Xloridlər

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_05; LAB_06; LAB_08;
Regional**	LAB_01; LAB_03; LAB_04; LAB_07; LAB_10;
In house ***	–

pH

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_01; LAB_05; LAB_06; LAB_08;
Regional**	LAB_04; LAB_10;
In house ***	LAB_02; LAB_03; LAB_07; LAB_09;

Konduktivlik

İstifadə olunan metodun kateqoriyası	Laboratoriya №
Beynəlxalq*	LAB_01; LAB_06; LAB_07; LAB_08;
Regional**	LAB_04;
In house ***	LAB_03; LAB_05;

*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/İEC 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. 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