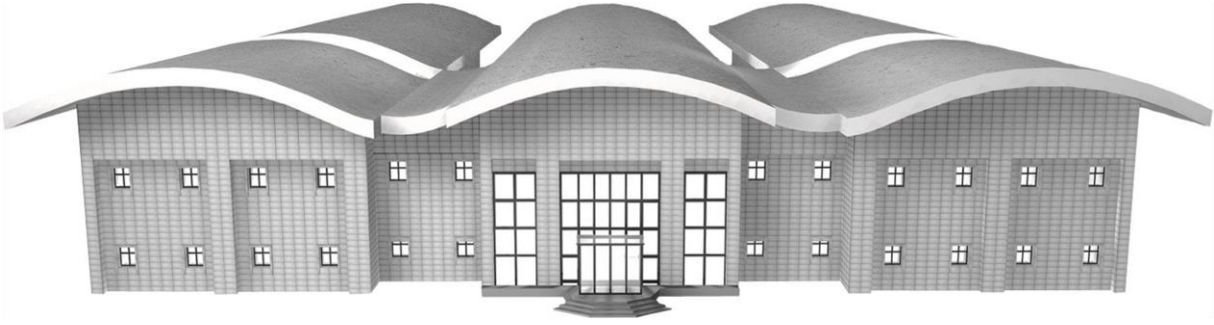




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ

Güncelleme 10 –22/02/2024

TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı No:70 06170

Yenimahalle – ANKARA

Tel.: 0312 327 41 81

Faks: 0312 327 41 56

e-posta: ugrl@tarimorman.gov.tr

Web: <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	3
2. ORGANİZASYON	3
3. YETERLİLİK TESTİ (YT) ÇEVİRİMLERİNİN YÜRÜTÜLMESİ	4
3.1. YT PROGRAMININ DUYURULMASI VE BAŞVURU	4
3.2. TEST MATERYALİNİN HAZIRLANMASI VE GÖNDERİLMESİ	5
3.2.1. Yeterlilik Test Materyali (YTM) Hazırlanması, Homojenliği ve Kararlılığı	5
3.2.2. YTM Gönderilmesi	5
3.3. SONUÇLARIN GÖNDERİLMESİ	7
3.4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	8
3.4.1. Atanmış Değer	8
3.4.2. Yeterlilik Testi Standart Sapması	9
3.4.3. Performans Değerlendirmesi	10
3.5. YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU	12
4. GİZLİLİK	13
5. REFERANSLAR	14



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden belirlenmiş ölçütlere göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metotlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testleri, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalite güvencesini sağlarken; analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

“Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği” “Kontroller” başlıklı 28’ inci maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır[1].

2. ORGANİZASYON

Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü (UGRL), “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü’nün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik” “Laboratuvarın Oluşumu ve Faaliyet Alanları” başlığı 5’inci maddesi 2’inci fıkrası e bendi hükmüne dayanarak yeterlilik testleri düzenler[2].

UGRL bünyesinde düzenlenen tüm yeterlilik testi programları “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardı esas alınarak düzenlenmekte ve değerlendirmeler de aynı standardın ışığında uluslararası standartlar ve makalelere göre yapılmaktadır[3].

Yeterlilik test çevrimleri, analizin gerçekleştirildiği bölümde; yetkilendirilmiş personel tarafından ilgili Çevrim Koordinatörü ve Yeterlilik Testleri Koordinatörü sorumluluğunda yürütülür.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeron verilebilir. Taşeron kullanılması durumunda, ilgili analizde ISO 17025 standardından akredite olan bir taşeron görev verilir. Taşeronun yaptığı faaliyetten UGRL sorumludur. ‘**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**’nda taşeron kullanılan hizmetler belirtilir.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

3. YETERLİLİK TESTİ (YT) ÇEVİRİMLERİNİN YÜRÜTÜLMESİ

3.1.YT PROGRAMININ DUYURULMASI VE BAŞVURU

Yıllık olarak hazırlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI**’ ve bu program doğrultusunda hazırlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ UGRL resmi internet sayfasında (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) yayınlanarak duyurulur. ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI**’ nda yıl içerisinde değişiklik olması durumunda (çevrim ilavesi veya iptali) güncellenen program UGRL resmi internet sayfasında yayınlanır ve “Duyurular” bölümünde programda güncelleme yapıldığına dair bilgi verilir. Çevrim iptali veya ertelenmesi durumlarında katılımcılara ayrıca başvuru formu ile bildirmiş oldukları e-posta adresleri üzerinden bildirim yapılır. Çevrimin iptal olması durumunda katılımcılara ücret iadesi yapılır.

Yayınlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ müşteri tarafından UGRL internet sayfasından indirildikten sonra elektronik ortamda doldurularak onaylı şekilde gönderilir. Onaylama işlemi katılımcı kurumun müdürü veya eşdeğer bir yetkilisi tarafından yapılmalıdır ve formda belirtilen irtibat kişisi e-posta adresi, kurumun veya yetkili kişilerin resmi/kurumsal e-posta adresi olmalıdır. Bu e-posta adresleri daha sonra katılımcılarla her türlü iletişimin sağlanacağı (sorun bildirimleri, sonuç gönderimi vb. iletişimler için) e-posta adresleri olarak kabul edilir ve bu adreslerin dışında bir e-posta adresinden gönderilen sonuç ve/veya bilgi kabul edilmez. Başvuru yapan müşteri UGRL ‘**YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ**’ hükümlerini kabul etmiş olur. Ücretin yatırılmasını takiben ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ sözleşme olarak kabul edilir.

UGRL katılımcıların gizliliğinin korunmasının sağlanması kaydıyla; katılımcılar ve/veya diğer müşteriler ile müşterinin taleplerini açıklığa kavuşturma ve yapılan işle ilgili performansı izleme konularında işbirliği yapar. UGRL resmi yazı ile yapılan talepleri değerlendirerek müşteri/katılımcının çevrimlerin nasıl planlandığı ve gerçekleştiği ile ilgili bilgi sahibi olmasını sağlar.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

3.2.TEST MATERYALİNİN HAZIRLANMASI VE GÖNDERİLMESİ

3.2.1. Yeterlilik Test Materyali (YTM) Hazırlanması, Homojenliği ve Kararlılığı

YT çevriminin özelliğine bağlı olarak farklı tipte YTM (Standart Çözeltili, Standart İlave Edilen (Spike) YTM, Doğal Kontamine YTM) hazırlanabilir. Hazırlanan YTM gönderileceği kaplara aktarılır ve etiketlenir.

TS EN ISO/IEC 17043 standardına göre YT sağlayıcı, her katılımcı için eşdeğer numune sağlamak ve bu numunenin YT çevrimi süresince kararlı kaldığını göstermek durumundadır. Bu amaçla “ISO 13528 – Statistical Methods For Use In Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison” standardına göre homojenlik ve kararlılık testleri yapılmaktadır[4]. Homojenlik testi sonucu yeterli homojenliği sağladığı istatistiksel olarak gösterilen YTM katılımcılara gönderilir. YTM'nin çevrim süresi boyunca yeterince kararlı kaldığını göstermek üzere, kargo koşullarını da yansıtabilecek şekilde kararlılık testleri gerçekleştirilir. Kararlı olmayan analit için katılımcı performansı değerlendirilmez, o analite ait katılımcı sonuçları ve özet istatistik bilgi amaçlı olarak verilir.

Kalitatif analizler için analizin doğasına uygun olduğu durumlarda homojenlik ve kararlılık testleri uygulanabilir. Bu durumda kalitatif analizlerde Var/Yok değerlendirmesi, parametrenin var veya yok olmasına göre sonuçların %100'ünde var veya yok çıkmasına göre yapılır.

3.2.2. YTM Gönderilmesi

YTM gönderilirken katılımcıların **‘YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU’**nda beyan ettikleri iletişim bilgileri esas alınır. Bu bilgilerin doğruluğundan katılımcı sorumludur. Beyan edilen bilgilerde (e-posta, irtibat kişisi, kapsam vb.) bir değişiklik olması durumunda YTM gönderiminden önce katılımcı tarafından UGRL'ye resmi yazı ile bildirim yapılmalıdır.

Çevrime son başvuru tarihi ve katılım ücreti son ödeme tarihi **‘YETERLİLİK TEST PROGRAMI’** nda belirtilen **Test Materyali Gönderim Tarihinden** on (10) iş günü öncesidir. Bu tarihe kadar ödeme yapmayan katılımcıya test materyali gönderilmez. Kargo gönderim ücreti YT ücretine dahil olduğundan, kargo için katılımcıdan herhangi bir ücret talep edilmez. Yurtdışı başvurularında gönderilecek YTM için kuryeden ilgili ülkeye gönderim ücreti öğrenilir, katılımcıya bilgi verilerek kargo ücreti alıcı ödemeli olarak kargo gönderilir.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

Katılımcılara YTM ile birlikte ilgili çevrime ilişkin detaylı bilgileri, uygulama esaslarını ve sonuç bildirimine ilişkin bilgileri içeren ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ gönderilir. Bu formda katılımcının, YT çevrimi ile ilgili tüm sonuç ve değerlendirmelerini takip edeceği katılımcı kodu bulunmaktadır. Katılımcı kodları her bir çevrim için ayrı ve rastgele belirlenmektedir. Formda ayrıca o çevrimden sorumlu Çevrim Koordinatörünün adı ve e-posta bilgisi bulunur. Katılımcılar sonuçlarını bu e-posta adresine gönderirler.

Kargo gönderimini takiben katılımcıların başvuru formunda beyan ettiği e-posta adreslerine kargonun gönderim tarihi ve muhtemel varış tarihi, hangi kargo firması ile gönderildiği gibi bilgileri içeren bilgilendirme mesajı gönderilir. Bu e-postanın ekinde katılımcıların ilgili çevrime ait sonuçlarını girecekleri ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ da bulunur.

YTM’nin katılımcıya uygun olmayan şekilde ulaşması durumunda, katılımcının UGRL resmi internet sayfası (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) üzerinde yayınlanan ‘**SORUN BİLDİRİM FORMU**’ aracılığı ile YTM gönderim tarihinden itibaren 7 gün içerisinde UGRL’ye bildirim yapması gerekmektedir. Form doldurulduktan sonra Çevrim Koordinatörü e-posta adresine gönderilir. Test materyali gönderim tarihinden itibaren 7 gün içerisinde sorun bildirilmemiş ise, test materyalinin uygun şekilde katılımcıya ulaştığı kabul edilir ve bu tarihten sonra yapılan bildirimler dikkate alınmaz.

Katılımcının test materyalinin uygun şekilde teslim almasından sonra meydana gelecek her türlü dökülme, kırılma, yanlış muhafaza sorunları katılımcının sorumluluğundadır. Böyle bir durum için katılımcıdan yeni bir test materyali talebi gelmesi durumunda, ilgili Çevrim Koordinatörü tarafından talep değerlendirilir ve uygun görülmesi ve yeterli test materyali bulunması halinde sonuç son bildirim süresi de dikkate alınarak katılımcıya yeniden test materyali gönderilebilir. Katılımcıdan bu durum için yeniden ücret talep edilerek, çevrim ücretinin yatırılmasını takiben tekrar bir YTM gönderilir. YTM gönderiminden sonra cihaz arızası, cayma vb. nedenlerle vazgeçme durumunda ücret iadesi yapılmaz.

‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’nun “Test Materyaline Uygulanacak İşlemler” bölümünde özel koşul/lar belirtilmediği sürece, Yeterlilik Test Materyali rutin analize gelen numune gibi işleme alınmalıdır.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

3.3. SONUÇLARIN GÖNDERİLMESİ

Yeterlilik Test Materyalinin analizinden elde edilen sonuçlar ilgili çevrime ait **‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’** aracılığı ile analiz sonucu son bildirim tarihinden önce bildirilmelidir. Yanlış okumaların önüne geçebilmek adına formun elle değil, elektronik ortamda doldurulması gerekmektedir. Sonuçlar, katılımcıların başvuru esnasında beyan ettikleri resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adres(ler)i kullanılarak **Çevrim Koordinatörü e-posta adresine** gönderilir. Başvuru formunda belirtilenin haricinde bir e-posta adresi kullanılarak gönderilen sonuçlar ile “Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim” tarihinden sonra UGRL’ye ulaşan sonuçlar işleme alınmaz.

Katılımcılar yeterlilik test materyalinin analizini kendileri yapmalıdır ve bilgilerini paylaşmamalıdır. Katılımcıların kendi sonuçlarını göndermemeleri, yeterlilik testine katılmış olma amacına aykırıdır. UGRL, atanmış değerin önceden bilinmemesi, sonuç son bildirim tarihinden sonra sonuç kabul edilmemesi gibi önlemler almış olsa da, profesyonel davranma sorumluluğu katılımcılardadır. Bu tedbirlere rağmen katılımcılar arasında hile veya tahrifat şüphesinden emin olunması durumunda katılımcıların sonuçları değerlendirmeye alınmayarak raporda belirtilir.

Kantitatif sonuç beklenen çevrimlerde katılımcıların bildirdiği sayısal olmayan sonuçlar için aşağıda belirtilen yollar izlenir:

- Katılımcının ‘Tespit edilemedi’ veya ‘<LOQ’ şeklinde sonuç bildirmesi gerekiyorsa mutlaka LOQ (tespit limit) değerini sayısal olarak bildirmelidir. Aksi durumda uygunsuzluk olarak rapora yansıtılır.
- Katılımcı LOQ değerini ‘< sayısal değer’ olarak bildirdiyse, bildirmiş olduğu değer atanmış değerin standart belirsizliği ile olan farkından ($x_{pt} - u(x_{pt})$) küçükse uygunsuzluk olarak rapora yansıtılır, büyükse uygunsuzluk olarak rapora yansıtılmaz. Her iki durumda da performans değerlendirmesi yapılmaz.
- Sayısal olmayan sonuçlar atanmış değer hesabına katılmaz.
- Sayısal olmayan sonuç sayısının oranı fazlaysa ve diğer sonuçlardan atanmış değer hesaplanamıyorsa ($p < 6$) atanmış değer olarak YT sağlayıcının homojenlik verilerinin ortalaması atanmış değer olarak kullanılır.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

3.4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

3.4.1. Atanmış Değer

Çevrim sonuçlarının doğruluğunun kontrolü için atanmış değer kullanılır. Bunun için katılımcı sonuçlarından sağlam istatistiksel yöntemler kullanılarak bir uzlaşma değeri hesaplanır [4, 5, 6]. Bu uzlaşma değeri atanmış değer olarak kullanılır. Sağlam istatistiksel yöntemler normal dağılıma uygunluğu gösterilen veri setinin merkez kısmını tanımlar. Bu yöntemde aykırı değer olarak tanımlanan verilerin uzaklaştırılmasına gerek yoktur. Tüm verilerden (kaba hatalar hariç) sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanır. Sağlam istatistik hesaplamalarında katılımcı sonuçlarının uygunluğuna göre Q/Hampel, Ortanca-MADe veya Ortanca-Algorithm A metodlarından biri tercih edilir.

YT çevriminde katılımcı sonuçlarından sağlam istatistiksel yöntemler kullanılarak ortalama ve standart sapmanın elde edildiği durumlarda geçerli veri sayısının en az 6 olması gerekmektedir. Ancak özellikle 15 veri ve altı için değerlendirme yapılırken verilerin dağılımı ve diğer özellikleri (aykırı değer sayısı, basıklık, çarpıklık vb.) dikkate alınır, uygun istatistik bu doğrultuda belirlenir. Eğer katılımcı sonuçlarından uygun bir istatistik belirlenemezse katılımcılar için performans değerlendirmesi yapılmaz ve bu durum raporda katılımcılara bildirilir.

Başvuru sayısının yetersiz olduğu durumlarda ve yeterli geçerli veri sayısına ulaşılamazsa ($p < 6$) atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılır.

Atanmış değerlerin standart belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanır:

$$u(x_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

s^* = katılımcı sonuçlarının sağlam standart sapması

p = uygun veri sayısı

Eğer atanmış değerlerin standart ölçüm belirsizliği $u(x_{pt})$ YT standart sapmasından büyükse, katılımcıdan kaynaklanmayan ancak atanmış değerlerin hatalı belirlenmesi nedeniyle bazı katılımcıların hareket ve uyarı sinyalleri içine gireceği bir risk oluşturur. Bu nedenle atanmış değerlerin standart ölçüm belirsizliği belirlenerek katılımcılara bildirilir. Eğer aşağıdaki koşul sağlanıyorsa;

$$u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$$



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

atanmış değerin belirsizliği ihmal edilebilir ve YT çevrim sonuçlarının yorumlanmasında atanmış değer belirsizliğinin kullanılmasına gerek yoktur.

$$u(x_{pt}) \geq 0,3\sigma_{pt} \text{ ve } u(x_{pt}) < 0,7\sigma_{pt} \text{ olduğunda,}$$

performans skorunun paydası genişletilerek belirsizlik hesaba katılır. Bu istatistiğe z' skoru adı verilir ve performans değerlendirmesinde bu skor kullanılır.

$$u(x_{pt}) \geq 0,7\sigma_{pt} \text{ olduğunda,}$$

performans değerlendirmesi yapılmaz.

Kalitatif sonuçların değerlendirilmesinde kullanılacak atanmış değer YTM hazırlama esnasında analizle tespit edilen değerdir. Bunun haricinde atanmış değer referans materyal kullanılarak belirlenebilir.

3.4.2. Yeterlilik Testi Standart Sapması

Performans değerlendirmesinde karşılaştırma yapılması için atanmış değerden sapmayı ölçmek gerekir. Bunun için yeterlilik testi standart sapması (σ_{pt}) kullanılır ve çevrimin özelliğine göre “ISO 13528 – Statistical Methods For Use In Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison”da belirtilen aşağıdaki yöntemlerden biri kullanılarak elde edilir:

- a)** Yasal otorite ve/veya uzman görüşleri doğrultusunda katılımcılar için uygun olduğu düşünülen performans düzeyine eşdeğer bir değere ayarlanabilir (Örneğin pestisit analizi yeterlilik testlerinde DG SANTE dokümanı ve Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü (GKGM) talimatına uygun olarak RSD değeri %25 olduğundan σ_{pt} buna göre belirlenir) [7, 8].
- b)** Yeterlilik testi standart sapması, ölçüm metodunun tekrar üretilebilirliği için genel bir modelden türetilebilir. Kimyasal uygulamalar için ortak bir genel model Horwitz tarafından tanımlanmış ve Thompson tarafından modifiye edilmiştir[9].

$$\begin{array}{l} c < 1,2 \times 10^{-7} \\ 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ c > 0,138 \end{array} \quad \text{için} \quad \sigma_{pt} = \begin{cases} 0,22c \\ 0,02c^{0,8495} \\ 0,01c^{0,5} \end{cases}$$

$0 \leq c \leq 1$ arasında değişen kimyasalın kütle fraksiyonudur.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

Örneğin; bir yeterlilik testi çevriminde σ_{pt} ' yi belirlemek için konsantrasyon 12 ppb olduğunda önce konsantrasyon birimsiz hale dönüştürülür ($c=0,000000012$). Yukarıdaki kritere ($c < 1,2 \times 10^{-7}$) göre $\sigma_{pt} = 0,22c$

$$\sigma_{pt} = 0,22 * 0,000000012$$

$\sigma_{pt} = 0,0000000264$ elde edilir. Bu değer 10^{-9} ile bölünerek birimli hale dönüştürülür. Sonuçta $\sigma_{pt} = 2,64 \mu\text{g/kg}$ olarak elde edilir.

- c) Karşılaştırılabilir özelliğe sahip aynı ölçüt için önceki YT çevrimlerinden tecrübe ile ve katılımcılar uyumlu ölçüm metotlarını kullandıklarında yeterlilik testi standart sapması, belirlenebilir.
- d) YT standart sapması ölçüm metodunun tekrar edilebilirlik ve tekrar üretilebilirlik standart sapmalarından hesaplanabilir.

3.4.3. Performans Değerlendirmesi

Nicel sonuçlar için yaygın olarak kullanılan istatistiklerden z skoru aşağıdaki formülle hesaplanır.

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

x_i = katılımcı sonucu

σ_{pt} = YT standart sapması

x_{pt} = atanmış değer

Eğer $u(x_{pt}) \geq 0,3 \sigma_{pt}$ ve $u(x_{pt}) < 0,7 \sigma_{pt}$ ise yeterlilik testi standart sapmasına kıyasla atanmış değer belirsizliği ihmal edilemez. Hesaplanmasında atanmış değer belirsizliğini de içeren z' (z prime) skoru, z skoru yerine rapor edilir ve aşağıdaki şekilde hesaplanır:

$$z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{[\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})]}}$$

x_i = katılımcı sonucu

σ_{pt} = YT standart sapması

x_{pt} = atanmış değer



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

$u(x_{pt}) =$ atanmış değer belirsizliği

Pestisit analizlerinde katılımcı laboratuvar test materyalinde var olan analiti tespit edememiş ve ölçüm limiti (LOQ) $-2,0$ z skoruna karşılık gelen değerden düşük ise; o laboratuvara ait sonuç laboratuvar tarafından bildirilen ölçüm limiti (LOQ) olarak değerlendirilir ve buna göre z skoru hesaplanır. Katılımcı laboratuvar test materyalinde var olan analiti tespit edememiş ve ölçüm limiti (LOQ) $-2,0$ z skoruna karşılık gelen değerden yüksek ise; o laboratuvara ait sonuç $< LOQ$ olarak değerlendirilir. Bu değerlendirmenin yapılabilmesi için katılımcı laboratuvar sonuç bildirirken ölçüm limiti (LOQ) bildirmelidir; aksi halde sonucun $< LOQ$ olup olmadığına dair değerlendirme yapılamayacağından, o laboratuvara ait sonuç sıfır olarak değerlendirilir ve buna göre z skoru hesaplanır.

Raporlanan z skorları virgülden sonra tek basamak olacak şekilde ifade edilir. Bu amaçla z skor formülünden elde edilen sonuç virgülden sonra tek basamak olacak şekilde yuvarlanır ve bu sonuca göre değerlendirme yapılır.

Skorların değerlendirilmesine yönelik uygulama aşağıda belirtilmektedir. Ayrıca z' (z prime) skoru, z skoru ile aynı şekilde yorumlanır.

$|z| \leq 2,0$ uygun

$|z| > 2,0$ uygun değil

Katılımcı performansının z skoru veya duruma göre z' skoru olarak verilmesinin dışında UGRL tarafından diğer performans değerlendirme unsurları da bilgilendirme ve/veya denetim amaçlı kullanılabilir. Bu durum GKGM talebine ve tercihe bağlı olup çevrim koordinatörü tarafından çevrim ile ilgili mevzuata bağlı olarak değerlendirilir ve uygulanabilir. Mevzuata uygunluk değerlendirmesi, mevzuat bilgisinin değerlendirilmesi, raporlama değerlendirmesi veya çevrimde sunulan parametrelerle ilgili analiz yetkinliğinin değerlendirilmesi yapılarak raporda bilgilendirme amaçlı ve/veya denetim sonucu olarak sunulabilir. Bunlar içinde en fazla uygulanabilecek olanı zeta skorudur. Eğer katılımcıdan bildireceği sonuç ile birlikte sonuca ait genişletilmiş ölçüm belirsizliği de talep edildiyse bu durumda zeta skoru kullanılarak ölçüm belirsizliğinin uygunluğu değerlendirilir. Zeta skoru aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$\zeta \text{ (zeta)skor} = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u(x_i)^2 + u(x_{pt})^2}}$$



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

x_i	Katılımcı sonucu
x_{pt}	Atanmış değer
$u(x_i)$	Katılımcının sonucuna ait standart ölçüm belirsizliği
$u(x_{pt})$	Atanmış değer belirsizliği

Zeta skor da z skoruna benzer şekilde yorumlanır. Skorun mutlak değeri 2 veya daha az ise ($|zeta| \leq 2,0$) uygun performans, 2'den büyük ise ($|zeta| > 2,0$) uygun olmayan performansı gösterir. Ancak sadece zeta skoru ile ölçüm belirsizliği performansını göstermek yeterli değildir. Ölçüm belirsizliği hesabının değerlendirilmesi de gerekir. Bu amaçla katılımcı sonucuna ait standart ölçüm belirsizliği rölatif hale ($u_{rel}(x_i)$) dönüştürülerek alt limit ($u_{rel}(x_{pt})$) ve üst limit (σ_{pt-rel}) kıyaslanır. Eğer $u_{rel}(x_i)$ alt ve üst limit içinde yer alıyorsa ($u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$) ölçüm belirsizliği hesabı gerçekçidir. Eğer alt limitin altındaysa az hesaplanmış, üst limitin üstünde ise fazla hesaplanmış şeklinde yorumlanır.

$u_{rel}(x_i) = u(x_i) / x_i$	Katılımcı sonucuna ait rölatif standart ölçüm belirsizliği
$u_{rel}(x_{pt}) = u(x_{pt}) / x_{pt}$	Atanmış değer rölatif belirsizliği
$\sigma_{pt-rel} = \sigma_{pt} / x_{pt}$	Rölatif yeterlilik standart sapması

Kalitatif sonuçların değerlendirilmesi sonrasında uygun performansın gösterilmesi atanmış değer ve katılımcı sonucunun aynı olması ile yapılır. Varlık/yokluk gösterilmesi gereken analizlerde atanmış değer ve katılımcı sonucunun eşleşmemesi uygun olmayan performans veya yanlış negatif veya yanlış pozitifliği gösterir. Katılımcılar için uygun performans bir çevrimde gönderilen YTM adedinin tamamında uygun sonuç alınması ile olur.

3.5. YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Katılımcılar sonuçlarına ve performanslarına ilişkin detaylara UGRL resmi internet sayfasında (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) “Yeterlilik Testleri” menüsü altında yer alan “Sonuç Raporları” sekmesi altında yayımlanan ‘**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**’ ile ulaşırlar.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**’ na itiraz hakkı bulunmaktadır. Rapora itiraz etme süresi ilk rapor yayınlandıktan sonra 5 yıldır. Katılımcı tarafından yapılan itirazlar, UGRL tarafından değerlendirilir ve katılımcıya itirazına ilişkin resmi yazı ile bilgi verilir.

Herhangi bir sebeple raporda revizyon olması durumunda tüm katılımcılara raporun revize edildiği katılımcıların beyan ettikleri e-posta adresleri yolu ile bildirilir ve kurum internet sayfasında “Duyurular” kısmında da revize rapor yayınlandığı hususunda bilgilendirme yapılır. Raporun özet kısmında revizyon gerekçesi yer alır.

Katılımcı kendi performansını yasal otoriteye, akreditasyon kuruluşlarına ve kendi müşterilerine sunmak üzere raporda yayınlanan kendine ait bilgileri kullanabilir. Bunun dışında, raporda yer alan bilgiler, veriler ve grafikler hiçbir şekilde yayın, reklam vb. amaçlarla kullanılamaz. Bu bilgilerin kullanım hakkı Tarım ve Orman Bakanlığı, Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğüne aittir.

4. GİZLİLİK

YT programına katılan katılımcılara ait tüm bilgiler gizlilik ilkesi doğrultusunda gizli bilgi olarak değerlendirilir ve üçüncü taraflarla paylaşılmaz. GKGM tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar GKGM’ye gizli olarak bildirilir. YT çevrimi boyunca katılımcıların gizliliği katılımcılara verilen kodla sağlanır. Bu kod sadece UGRL ve katılımcı laboratuvar tarafından bilinmektedir ve ‘**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**’ nda katılımcı sonuçlarını bu kodla takip eder.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

5. REFERANSLAR

- 1-** Resmi Gazete, 18 Şubat 2022, Sayı: 31754
- 2-** Resmi Gazete, 11 Aralık 2019, Sayı: 30975
- 3-** TS EN ISO/IEC 17043 “Uygunluk Değerlendirmesi – Yeterlilik Deneyi için Genel Şartlar”
- 4-** ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- 5-** Analytical Methods Committee (1989). Robust statistics – how not to reject outliers: Part 1 Basic concepts. Analyst, Vol.114, 1693-1697
- 6-** Lowthian, P.J., Thompson, M. (2002). Bump-hunting for the proficiency tester-searching for mutli-modality. Analyst, Vol.127, 1359-1364
- 7-** DG SANTE Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
- 8-** GKGM'nin 21/08/2015 tarih 28226 sayılı talimatı.
- 9-** Thompson, M. (2000). Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. Analyst, 125, 385-386.
- 10-** Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar arası Karşılaştırma Programları Prosedürü (P704), TÜRKA.