



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Kolada Kafein Analizi
UGRL YT Raporu- KOB006
Mart-Haziran 2023

GENEL BİLGİLER

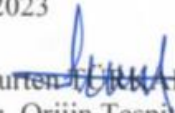
YT Çevrim Kodu ve Adı: KOB006- Kolada Kafein Analizi

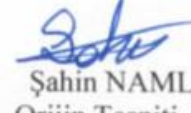
Test Materyali Gönderim Tarihi: 28/03/2023

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 02/05/2023

Rapor Yayın Tarihi: 12/06/2023

Raporu Hazırlayan(lar):


Nurten TÜRKARSLAN
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü


Şahin NAMLI
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü

Çevrim Koordinatörü:

YT Koordinatörü:


Nurten TÜRKARSLAN
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü

Raporu Onaylayan:


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

YT Düzenleyici:

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>

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
1. GİRİŞ	5
2. GİZLİLİK	5
3. TEST MATERYALİ	6
3.1. HAZIRLAMA	6
3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK	6
3.3. DAĞITIM.....	7
4. SONUÇLAR	7
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	8
5.1.ATANMIŞ DEĞER	8
5.2.YETERLİLİK STANDART SAPMASI	8
5.3.PERFORMANS DEĞERLENDİRME	8
5.4.KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	9
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	12
7. GÖZLEMLER	15
8. REFERANSLAR	15

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	6
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme	7
Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi.....	9
Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	9
Tablo 6. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	9
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorları	10
Tablo 8. Katılımcı analiz bilgileri.....	12

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kafein için z-skorları histogramı.....	11
-------------------------------------------------	----

ÖZET

Kolada Kafein Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 51 katılımcıya, 28/03/2023 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 100 ml test materyali (kola) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan kafein için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan KOB006 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 51 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına² uygun olarak, test materyalinde yer alan kafein için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır.
- Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}), uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.
- Her bir katılımcı için z-skoru; atanmış değer (X_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Kolada Kafein Analizi Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer (X_{pt}) (mg/L)	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
Kafein	67	50	51	98

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş 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 testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

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

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeronla verilebilir.

2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ne gizli olarak bildirilmektedir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında yaklaşık 5 litre kola kullanılmıştır. Temin edilen kola analiz edilmiş ve 100 mg/L kafein tespit edilmiştir. Kola içerisindeki kafein miktarı yaklaşık 70 mg/L olacak şekilde gazoz ile seyreltilmiştir. Karışım iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan test materyali, yeterlilik test materyali şişelerine en az 100'er ml olacak şekilde aktarılarak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2015 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler HPLC-DAD cihazı ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açısından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. İstatiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Sıra no	Kafein (mg/L)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	71	73
2	70	69
3	69	70
4	68	71
5	70	69
6	70	70
7	70	68
8	69	69
9	70	71
10	71	69
11	70	70
12	70	70
Ortalama	70	
σ_{pt}	5,7	
Kritik değer (0,3σ_{pt})	1,7	
sw (örnek-içi std. sapma)	1,0	
sx (örnek ort. std. sapması)	0,8	
ss (örnekler-arası std.sapma)	0,2	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı² esas alınarak test edilmiştir. Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi (t1) ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası (t2) olmak üzere iki farklı zamanda analizler gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, yukarıda belirtilen zamanlarda iki tekrarlı olarak analiz edilen dörder örnekten elde edilen sonuçların ortalaması (yX) ile homojenlik testi verilerinin tamamının iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması ($y1$) arasındaki farka bakılmış ve $|y1 - yX| \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. Kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te verilmektedir.

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528)

PARAMETRE	Kafein (mg/L)	
	t1 (kontrol)	t2
Sıcaklık (~ °C)	Oda sıcaklığı	Oda sıcaklığı
Süre (gün)	-	36
n	24	8
Ortalama	70	71
Std.Sapma	1,0	0,9
y1 - yX	-	0,7
y1 - yX ≤ 0,3σ _{pt} ?	-	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (kola), 28/03/2023 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen 'KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU' aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresindeki KOB006 kodlu çevrime özgü 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU'nu kullanarak, test materyalinde yer alan kafein için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Elektronik ortamda doldurulan formun, başvuru formunda belirtilen resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adresi üzerinden, çevrim koordinatörü e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin her ikisine de 02/05/2023 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 51 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve yeterlilik standart sapmasının hesaplanmasında kullanılacak istatistiksel yöntem belirlenmeden önce, katılımcılar tarafından iletilen sonuçların uygunluk yönünden değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu amaçla kaba hata olup olmadığı kontrol edilmiş, normal dağılıma uygunluk değerlendirilmesi yanında görsel inceleme (Q-Q grafiği, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapılmıştır. Değerlendirmeler sonucunda, tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan kafein için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır². Katılımcı sonuçları üzerinden Q/Hampel'a göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.^{3,4}

Atanmış değer belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

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

s^* : Sağlam (robust) standart sapma

p : Geçerli sonuç sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılmıştır⁵. Kafein için σ_{pt} , aşağıda belirtilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\sigma_{pt} = 0,02 c^{0,8495}/mr$$

c : Analit konsantrasyonu (Atanmış değer (X_{pt})) (boyutsuz konsantrasyon olarak ifade edilir.)

mr : Boyutsuz konsantrasyon (Örn: 1 ppm= 10^{-6})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı² ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

X_i : Katılımcı sonucu

X_{pt} : Atanmış değer

σ_{pt} : Yeterlilik standart sapması

z-skoru, yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır⁶.

$$\begin{aligned} |z| \leq 2 & \quad \text{Uygun} \\ |z| > 2 & \quad \text{Uygun Değil} \end{aligned}$$

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Kafein için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4'te, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 5'te, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorum ile birlikte Tablo 7'de özetlenmektedir ve Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Kafein için özet istatistik değerlendirmesi

Kafein	
Sonuç sayısı	51
Sonuç aralığı (mg/L)	58,9 – 91,4
Sonuçların ortancası (mg/L)	67
Sonuçların ortalaması (mg/L)	67
Atanmış değer (mg/L)	67
Sağlam standart sapma (mg/L)	3,5
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	50
$ z > 2$ sonuç sayısı	1

Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

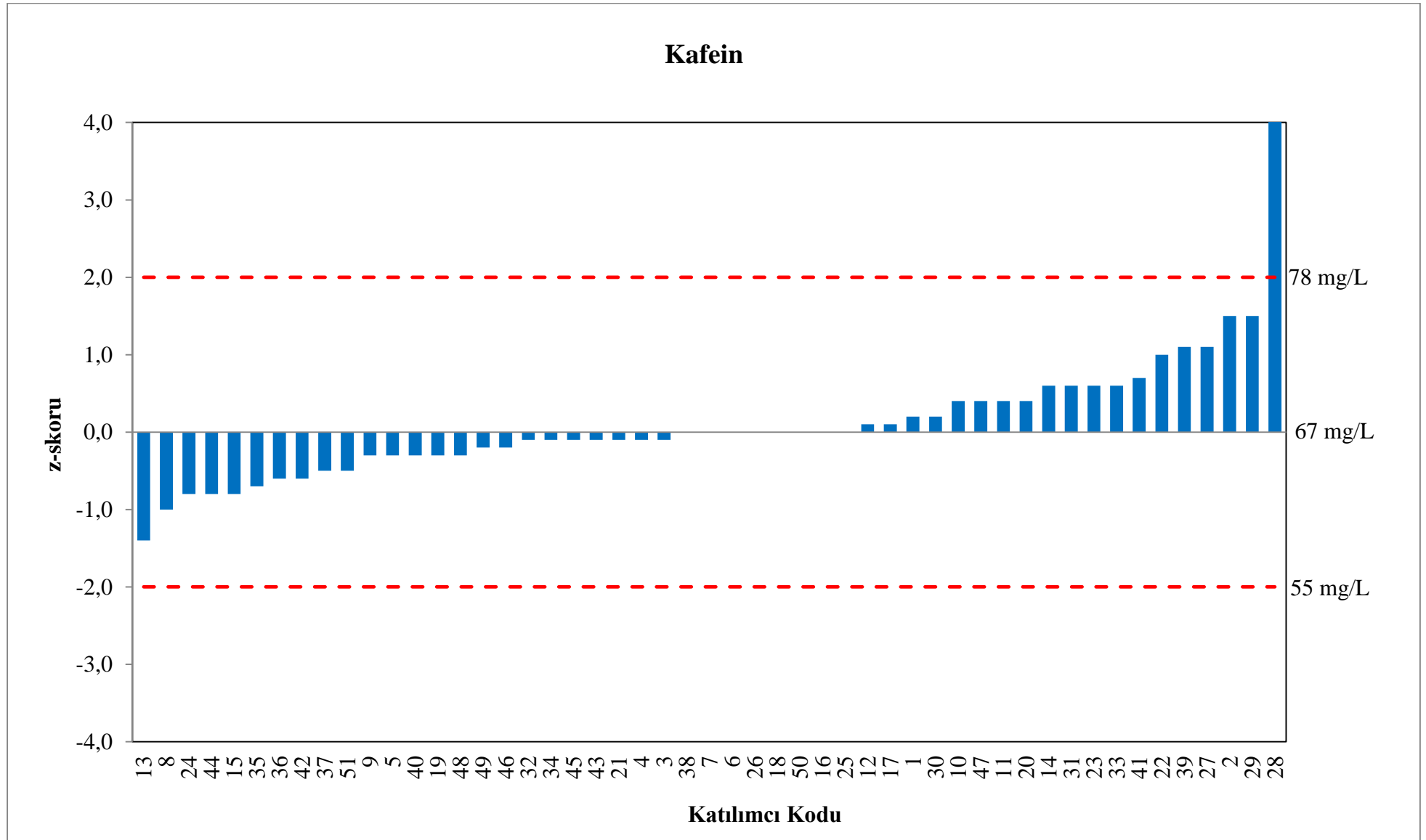
Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (X_{pt}) (mg/L)	Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) (mg/L)
Kafein	51	67	0,6	5,7

Tablo 6. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ skor yüzdesi (%)
Kafein	50	51	98

Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Kafein		
	Atanmış Değer	67 mg/L	
	Sonuç (mg/L)	LOQ (mg/L)	z-skoru
1	68	4,32	0,2
2	75	20	1,5
3	66,2	12,8	-0,1
4	66	11,91	-0,1
5	65	10	-0,3
6	67	10	0,0
7	66,74	Bildirilmedi	0,0
8	60,91	0,6	-1,0
9	64,91	10	-0,3
10	68,8	10	0,4
11	69	20	0,4
12	67,14	0,44	0,1
13	58,8601	4	-1,4
14	70	0,5	0,6
15	62	5	-0,8
16	67	1,15	0,0
17	67,35	15	0,1
18	67	10	0,0
19	65,18	12,24	-0,3
20	69	10	0,4
21	66	12,77	-0,1
22	72,38	2,42	1,0
23	70	16,91	0,6
24	61,98	10	-0,8
25	67	7,5	0,0
26	67	5	0,0
27	73	0,7	1,1
28	91,35	105	4,3
29	75,07	1	1,5
30	68	20	0,2
31	70	0,16	0,6
32	65,9	10	-0,1
33	70,3	25	0,6
34	66	30	-0,1
35	63	4	-0,7
36	63,13	0,5	-0,6
37	64	10	-0,5
38	66,47	5	0,0
39	73	0,66	1,1
40	65	11,46	-0,3
41	71	0,23	0,7
42	63,5	5	-0,6
43	66	0,273	-0,1
44	62	0,01	-0,8
45	66	0,15	-0,1
46	65,42	0,2	-0,2
47	69	0,3	0,4
48	65,3	10	-0,3
49	65,38	5	-0,2
50	67	5	0,0
51	64	26	-0,5



Şekil 1. Kafein için z-skorları histogramı

Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
<1	7 13 17 33
≥1-<5	1 2 10 14 15 19 23 26 27 30 31 41 42 43 44 46 51
≥5-<10	5 9 18 20 22 28 29 36 37 39 45 48 49 50
≥10-<20	3 4 11 21 25 38 47
≥20-<50	6 34 35
≥50	24
10	8
Bildirilmedi	12 16 32 40
Numune analiz öncesi degaze edildi mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	1 2 3 4 7 8 9 11 12 15 16 17 18 19 21 22 23 25 26 27 28 29 30 31 33 34 35 36 37 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51
Hayır	6 13 20 24
Bildirilmedi	5 10 14 32 38 39 40
HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Solvent ekstraksiyonu	5 36 45 51
Su ekstraksiyonu	1 2 3 4 6 7 10 11 14 15 19 20 21 22 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 37 38 39 40 41 42 46 47 48 49 50
Direkt enjeksiyon	8 12 16
0,2 µm lik kartuştan 10 ml numune süzüldü	18
Bildirilmedi	9 13 17 23 43 44
Dedektör tipi:	Laboratuvar Kodu
DAD	1 3 4 5 6 7 8 10 11 12 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 30 31 32 33 34 36 37 39 40 41 43 44 45 46 48 49 50 51
UV	2 9 13 14 28 29 38 42 47
PDA	35
Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
C18	1 2 3 4 5 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51
C8	19
Inertsil ODS-4	20
Diğer	6

Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
<5	23 29
≥5-<10	13 30 38
≥10-<25	1 2 3 4 5 6 7 10 11 12 14 15 16 17 18 19 20 21 22 24 25 26 27 28 31 32 33 34 35 36 37 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51
≥50-<100	9
20	8
Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
≥20-<50	1 2 3 4 5 6 7 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51
≥50	29
25	8
Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	2 3 4 5 6 7 8 9 11 12 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 32 33 34 35 36 37 38 39 41 42 43 44 45 46 47 49 50 51
Hayır (Gradient)	1 10 13 14 17 31 40 48
Mobil faz bileşenleri	Laboratuvar Kodu
Asetonitril (KH ₂ PO ₄)	3 4 10 12 16 17 18 19 20 21 22 25 27 31 34 36 41 43 44 46 47 50
Metanol:Su	2 11 13 23 26 35 37 38 39 49
Asetonitril	6 15 28 32 51
Su-Asetonitril	5 30 42 48
%90 Buffer %10 Asetonitril	1 8
Asetonitril- KH ₂ PO ₄ + H ₃ PO ₄	33
Su- KH ₂ PO ₄	24
İsopropanol, su, asetik asit	29
Su:K ₂ PO ₄ Buffer PH:3.5, Asetonitril	14
%85 KH ₂ PO ₄ %15ACN	9
Su	7
Metanol:Buffer	40
Potasyum dihidrojen fosfat	45

Kullanılan standardın markası	Laboratuvar Kodu												
Sigma/Aldrich	1	2	4	5	8	13	19	20	25	29	30	33	34
	37	38	40	42	45	46	47	48	49	50	51		
Dr.Ehrenstorfer	6	9	10	11	12	14	16	21	22	23	27	28	36
	39	43											
Merck	7	24	31	51									
Fluka	3	15	35										
Supelco	44												
Chem Service	41												
Alfa Aesar	32												
VWR	26												
Lab Standart	18												
HPC	17												
Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu												
Evet	4	8	15	17	18	22	25	28	31	33	41	43	
Hayır	1	2	3	5	6	7	9	10	11	12	13	14	16
	19	20	21	23	24	26	27	29	30	32	34	35	36
	37	38	39	40	42	44	45	46	47	48	49	50	51

7. GÖZLEMLER

51 adet kamu ve özel laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen “KOB006 Kolada Kafein Analizi Yeterlilik Testi Çevrimi” sonuçlarına göre; uygun performans ($|z| \leq 2$) oranı % 98’dir. 51 katılımcıdan bir katılımcı uygun z-skoru aralığının dışında ($|z| > 2$) sonuç bildirmiştir.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz bilgileri incelendiğinde, katılımcıların tamamının kafein analizini HPLC kullanılarak gerçekleştirdiği, analizde çoğunlukla DAD dedektör ve C18 kolon kullanıldığı görülmektedir. 51 katılımcının 35’inin (% 69) analizde akredite olduğu bilgisi iletilmiştir. Analizde farklı katılımcılar tarafından farklı marka standartlar kullanılmakla birlikte sonuçların uyumlu olması, analizde farklı marka analitik standartlardan kaynaklanan herhangi bir olumsuzluk olmadığını göstermektedir.

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.

- 4 Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical Brief No:6, Apr 2001
- 5 Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386
- 6 TÜRKAĞ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev.No:10 -16 Aralık 2019