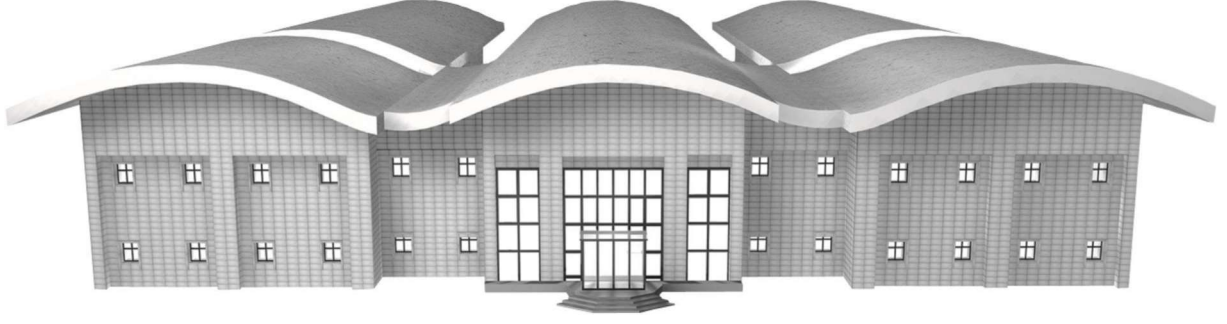




T.C.  
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI  
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi**  
**UGRL YT Raporu- TAG006**  
**MART-MAYIS 2023**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrim Kodu ve Adı:** TAG006 Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 22/03/2023

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 07/04/2023

**Rapor Yayın Tarihi:** 17/05/2023

**Raporu Hazırlayan(lar):**



Onur BİLBER  
GTB

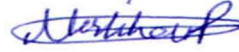


Neslihan AKKAYA  
GTB



Yasemin TETİK  
GTB

**Çevrim Koordinatörü:**



Neslihan AKKAYA  
Gıda Takviyeleri Bölümü

**YT Koordinatörü:**



Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu

**Raporu Onaylayan:**



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

<b>ÖZET</b> .....	<b>4</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>5</b>
<b>2. GİZLİLİK</b> .....	<b>5</b>
<b>3. TEST MATERYALİ</b> .....	<b>6</b>
3.1. HAZIRLAMA .....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM.....	7
<b>4. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME</b> .....	<b>7</b>
<b>5. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>14</b>
<b>6. GÖZLEMLER</b> .....	<b>15</b>
<b>7. REFERANSLAR</b> .....	<b>15</b>

## TABLolar

Tablo 1. Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi Yeterlilik Testi Sonuç Özeti.....	4
Tablo 2. Yığın materyal-A ve yığın materyal-B için katılımcı sonuçları ve değerlendirme.....	8
Tablo 3. Katılımcı Başarı Oranları.....	14
Tablo 4. Katılımcı Yorumları.....	14
Tablo 5. Katılımcı Analiz Bilgileri.....	14

**ÖZET**

- Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 [1] esas alınmıştır.
- Çevrim için başvuruda bulunan 6 katılımcıya, 22/03/2023 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu **‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’** ile birlikte 5 mL test materyali içeren A ve B numuneleri gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyallerinde bulunması muhtemel Aktif Farmasötik Bileşen analiti/analitleri için Tespit Edildi/Tespit Edilemedi şeklinde sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan TAG006 kodlu çevrime özgü **‘TAG006-Analiz Sonuç Bildirim Formu’** ile toplanmıştır. 6 katılımcı analiz sonucu bildirmiştir.

Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi Yeterlilik Testi sonuç özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Aktif Farmasötik Bileşenler Analizi Yeterlilik Testi Sonuç Özeti

YTM	Beklenen Sonuç	Uygun Sonuç Sayısı	Toplam Sonuç Sayısı	Başarı Oranı,%
A	Tespit Edildi (Dapoksetin- Vardenafil)	6	6	100
B	Tespit Edilemedi	6	6	100

## 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 hazırlanması için içerisinde aktif farmasötik bileşen analiti/analitleri içermeyen enerji içeceği (kör numune) kullanıldı. Laboratuvarlara gönderilecek YT materyali A ve B kodu ile iki adet hazırlandı. Hazırlanan iki numune serisinden bir tanesine iki adet aktif farmasötik bileşen standardı ile zenginleştirme (spike) yapıp vorteks ve manyetik karıştırıcı kullanılarak homojenize edildi. Hazırlanan A ve B numuneleri yeterlilik test materyali kaplarına en az 5 mL olacak şekilde aktararak etiketleme yapıldı. Test materyalleri katılımcılara gönderilecekleri güne kadar +4 °C sıcaklıkta muhafaza edildi.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

ISO 13528 Standardı esas alınarak yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 zenginleştirilmiş numune ve 10 kör numune, iki tekrarlı olarak analiz edildi. Analizler UPLC-Q-TOF/MS cihazı ile gerçekleştirildi ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edildi. Her çalışma pozitif ve negatif sonuçlar açısından değerlendirildi.

Homojenlik testi için kabul kriteri % 100 olarak kabul edilmiştir, yani analiz edilen tüm homojenlik numunelerinde, ilgili yığın materyal içerisinde yer alan tüm parametrelerin tespit edilmesi; yığın materyalde yer almayan parametrelerin ise tespit edilememesi gerekmektedir. Homojenlik numunelerinin tamamında tüm parametreler için % 100 homojenlik koşulu sağlanmıştır.

Kararlılık çalışması, ISO 13528 Standardı esas alınarak, sonuç bildirim süresinin tamamlanması sonrasında test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre planlandı. Yeterlilik test çevrimi sonrası tüm laboratuvar sonuçları alındıktan sonra ikişer örnek iki tekrarlı olarak analiz edildi. Kararlılık testi için kabul kriteri % 100 olarak kabul edilmiştir. Kararlılık numunelerinin tamamında tüm parametreler için % 100 kararlılık koşulu sağlanmıştır.

### 3.3. DAĞITIM

+4 °C sıcaklıkta bulunan YT materyali (A ve B numuneleri) yeterlilik test materyali kaplarına konularak katılımcı laboratuvarlara kargo ile 22/03/2023 tarihinde aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' katılımcılara iletildi.

Katılımcılardan, analiz sonuçlarını <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresindeki TAG006 kodlu çevrime özgü '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**'nu elektronik ortamda doldurduktan sonra başvuru formunda belirttikleri resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adreslerini kullanarak Çevrim Koordinatörü e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin ([ugrl@tarimorman.gov.tr](mailto:ugrl@tarimorman.gov.tr)) her ikisine de 07/04/2023 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

## 4. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

Katılımcılardan takviye edici gıda örneğinde aktif farmasötik bileşen analitini/analitlerini analiz etmeleri, sonucu Tespit Edildi/Tespit Edilemedi olarak '**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA**' kaydetmeleri istendi. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 6 laboratuvar sonuç bildirmiştir.

Her bir katılımcının analiz ettiği parametreye ilişkin sonuçları, beklenen sonuçlarla aynı olanlar '**UYGUN**' olarak değerlendirilirken, beklenen sonuçlardan farklı olanlar '**UYGUN DEĞİL**' olarak değerlendirilmiştir. Yığın materyal-A ve yığın materyal-B için katılımcı sonuçları ve değerlendirme Tablo 2'de, katılımcı başarı oranları Tablo 3'te, katılımcı yorumları Tablo 4'de verilmektedir.













## UGRL YT Raporu-TAG006

ANALİT	YTM (A) NUMUNESİ												YTM (B) NUMUNESİ													
	Beklenen Sonuç	LABORATUVAR SONUCU						DEĞERLENDİRME						Beklenen Sonuç	LABORATUVAR SONUCU						DEĞERLENDİRME					
		KATILIMCI KODU						KATILIMCI KODU							KATILIMCI KODU						KATILIMCI KODU					
		G1	G2	G3	G4	G5	G6	G1	G2	G3	G4	G5	G6		G1	G2	G3	G4	G5	G6	G1	G2	G3	G4	G5	G6
Tetra Hydro Cannabinolic Asid	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Thiodimethyl Sildenafil	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Thiohomo Sildenafil	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Thiosildenafil	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Tolbutamide	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Triamcinolone	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Triamterene	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Valsartan	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Vardenafil	VAR	Tespit Edildi	Tespit Edildi	Tespit Edildi	Tespit Edildi	Tespit Edildi	Tespit Edildi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Verapamil	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Yohimbine	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN
Zimeldine	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	YOK	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	Tespit Edilemedi	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN	UYGUN

**Tablo 3.** Katılımcı Başarı Oranları

YTM	Beklenen Sonuç	Uygun Sonuç Sayısı	Toplam Sonuç Sayısı	Başarı Oranı,%
A	Tespit Edildi (Dapoksetin- Vardenafil)	6	6	100
B	Tespit Edilemedi	6	6	100

**Tablo 4.** Katılımcı Yorumları

\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

## 5. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-TAG006’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 5’de sunulmaktadır.

**Tablo 5.** Katılımcı Analiz Bilgileri

### Kullanılan Metot Adı

İşletme içi- Journal of Pharmaceutical And Biomedical Analysis, 41, (2006), 554-564	G1 G2 G3 G4 G5 G6
--	-------------------

## Kullanılan Cihaz

LC-TOF/MS	G4	G5	G6
LC-ORBITRAP/MS	G1	G2	G3

## Akredite Metot

Hayır	G2	G4		
Evet	G1	G3	G5	G6

## 6. GÖZLEMLER

Takviye Edici Gıdalarda Aktif Farmasötik Bileşenler analizi yapma ve raporlama yetkisine sahip kamu laboratuvarlarının katılımıyla gerçekleşen toplam 6 katılımcıdan oluşan TAG006 çevrim kodlu Takviye Edici Gıdalarda Aktif Farmasötik Bileşenler analizi yeterlilik test çevrimi sonuçları incelendiğinde katılımcıların oldukça başarılı sonuç elde ettiği (% 100) görülmüştür.

## 7. 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.