



**BUĞDAY UNUNDA NEM, KÜL, YAĞ, PROTEİN VE
SEDİMENTASYON İNDEKSİ TAYİNİ
YETERLİLİK TESTİ RAPORU**

TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI

Rapor No: KAR-G3RM-500.2015.01

Koordinatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

26 Haziran 2015
Gebze/KOCAELİ

Bu yeterlilik testi çalışması "ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing" standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)
Referans Malzemeler Laboratuvarı
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01
www.ume.tubitak.gov.tr

Koordinatör

Dr. Fatma AKÇADAĞ
e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu
Dr. Alper İŞLEYEN



İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	4
2. ÇALIŞMANIN AMACI	5
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	5
4. KULLANILAN METOTLAR	5
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	5
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	8
7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE ÖNERİLER	8
8. KAYNAKLAR.....	13
EK-1 ROBUST İSTATİSTİK.....	14

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar	6
Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları cihazlar	7
Tablo 3. Buğday ununda nem, kül, yağ ve protein tayini sonuçları ve z-skorumları	9
Tablo 4. Buğday ununda sedimentasyon tayini sonuçları ve z-skorumları	10
Tablo 5. z-skoru dağılımları	12
Tablo 6. Sonuçların dağılımı.....	12

ŞEKİLLER

Şekil 1. Buğday ununda nem tayini sonuçları z-skoru dağılımı	11
Şekil 2. Buğday ununda kül tayini sonuçları z-skoru dağılımı	11
Şekil 3. Buğday ununda yağ tayini sonuçları z-skoru dağılımı	11
Şekil 4. Buğday ununda protein tayini sonuçları z-skoru dağılımı	11
Şekil 5. Buğday ununda sedimentasyon indeksi tayini sonuçları z-skoru dağılımı	11

1. GİRİŞ

Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır.

Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

Bir laboratuvarın belli bir analizi yapmadaki yeterliliğini kanıtlamasının diğer bir yolu ise laboratuvarın bağımsız kurumlar tarafından akreditasyonudur. Laboratuvar akreditasyonu sırasında laboratuvarın yeterlilik testlerinden elde ettiği sonuçlar da değerlendirmelerde kullanılmaktadırlar.

TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan analitik ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları düzenlemektedir. Çalışma 2001 yılında “Gıda Maddelerinde Nem, Kül, Yağ ve Azot Tayini” olarak düzenlenmiş, 2015 yılında ise “Buğday Ununda Nem, Kül, Yağ, Protein ve Sedimentasyon İndeksi Tayini” olarak adı değiştirilmiştir.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, katılımcı laboratuvarların buğday ununda nem, kül, yağ, protein ve gluten tayini yapmaları istenmiş, çalışmaya katılmayı bildiren 19 laboratuvara numuneler 14 Nisan 2015 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 15 Mayıs 2015 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda laboratuvarlarında yapılan buğday ununda nem, kül, yağ, protein ve sedimentasyon indeksi tayini konusunda laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Test örneği olarak piyasadan temin edilen “buğday unu” kullanılmıştır. Yaklaşık 150 g homojenize edilmiş buğday unu HDPE şişelerde paketlenerek, çalışmaya katılmayı bildiren 19 laboratuvara numuneler 14 Nisan 2015 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <https://interaktif.ume.tubitak.gov.tr/yt> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir. Protokol katılımcılara ayrıca e-posta ile de gönderilmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 15 Mayıs 2015 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

Bu çalışmaya katılan laboratuvarların analizlerde kullandıklarını bildirdikleri metotlar/cihazlar Tablo 1’de verilmiştir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen kullanıcı adı ve şifresini kullanarak <https://interaktif.ume.tubitak.gov.tr/yt> adresinde bulunan “Sonuç Girişi” bölümüne girmeleri istenmiştir.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar

Lab. Kodu	Nem	Kül	Yağ	Protein	Sedimentasyon İndeksi
01	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	Soxhlet Ekstraksiyonu	AOAC 992.23	-
02	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	Soxhlet Yöntemi	AOAC 992.23	-
03	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	TS 1620	-
04	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	TS EN ISO 5983-2	-
05	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	JAOAC 64,351(1981); 65,289(1982)	AOAC 2001.11	-
06	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	-	-
07	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	TS EN ISO 20483	TS EN ISO 5529
08	TS 1135	RG 14987	RG 14987	RG 14987	-
09	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	In House Metot	-
10	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	Soxhlet Ekstarksiyon Yöntemi	Kjeldahl Yöntemi	TS EN ISO 5529
11	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 4967	TS EN ISO 5983-2	-
12	TS 1135	TS 1511	Soxhlet Ekstraksiyonu	Kjeldahl	-
13	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	TS 1620	-
14	TS 6318, TS EN ISO 6498	-	-	-	-
15	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS EN ISO 659	EN ISO 20483	-
16	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	AOAC 992.23	TS EN ISO 5529
17	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 6317	TS EN ISO 5983-2	-
18	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 4967	AOAC 2001.11	-
19	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	-	-	-

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları cihazlar

Lab. Kodu	Nem	Kül	Yağ	Protein	Sedimentasyon İndeksi
01	-	-	-	-	-
02	-	-	-	-	-
03	Etüv	Kül Fırını	-	Kjeldahl Cihazı	-
04	Etüv	Kül Fırını	-	Kjeldahl Cihazı	-
05	Etüv	Kül Fırını	Soxhlet	Kjeldahl Cihazı	-
06	Etüv	Kül Fırını	-	-	-
07	Etüv	Kül Fırını	-	Kjeldahl Cihazı	Sedimentasyon Cihazı
08	Etüv	Kül Fırını	Soxhlet	Kjeldahl Cihazı	-
09	Etüv	Kül Fırını	-	Azot Protein Cihazı	-
10	Etüv	Kül Fırını	Soxhlet Cihazı	Azot Protein Cihazı	Zeleny Sedimentasyon Cihazı
11	Etüv	Kül Fırını	Soxhlet Ekstraksiyon Cihazı	Kjeldahl Cihazı	-
12	K.H. Sterilizatörü	Kül Fırını	Soxhlet Ekstraksiyonu Cihazı	Azot Protein Cihazı	-
13	-	-	-	-	-
14	Etüv	-	-	-	-
15	Etüv	Kül Fırını	Soxhlet	Kjeldahl Cihazı	-
16	Etüv	Kül Fırını	-	Azot Protein Cihazı	Sedimentasyon Test Cihazı
17	Etüv	Kül Fırını	Soksalet	Kjeldahl Cihazı	-
18	Etüv	Kül Fırını	-	Kjeldahl Cihazı	-
19	Etüv	Kül Fırını	-	-	-

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada referans değerler, nem, kül, yağ ve protein için sonuçların ortancası (median) alınarak, kullanılarak belirlenmiştir (bkz. Ek-1). Standart sapma değerleri nem ve protein için referans değerlerin % 7,5'i, kül için % 10'u yağ için ise % 12'si alınarak belirlenmiştir.

Katılımcı laboratuvarların z-skoru değerleri eşitlik (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (1)$$

Burada,

X : referans değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ ise analiz uygundur.

$2,0 < |z| < 3,0$ ise arası kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

$|z| \geq 3,0$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

Laboratuvar sonuçları Tablo 3'te, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-4'de verilmiştir.

Tablo 5'te z-skoru dağılımları, Tablo 6'da ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

Tüm katılımcıların protein sonuçlarını 5,70 protein faktörü kullanılarak raporlamaları talep edilmiştir.

7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLAR

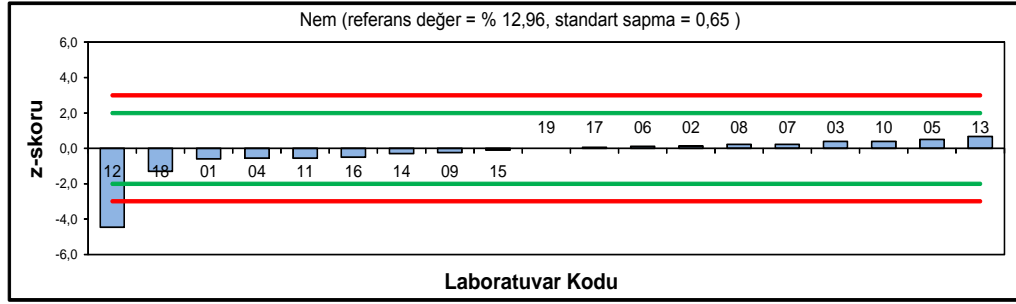
Bu raporda, sedimentasyon indeksi dparametresinde bir çalışma yapmadığı halde sonucu svehen sıfır girmiş olduğundan bu değer "-" olarak düzeltilmiştir. Bu parametre için raporlanan sonuçların sayısı istatistiksel olarak değerlendirmek için az olsa da çalışmaya katılan laboratuvarın sonuçları birbirine yakın olduğundan sonuçların ortalaması alınarak atanmış değer, standart sapması da yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma değeri olarak kullanılmıştır. Sonuçlar Tablo 4 ve Şekil 5'te verilmiştir.

Tablo 3. Buğday ununda nem, kül, yağ ve protein tayini sonuçları ve z-skorumları

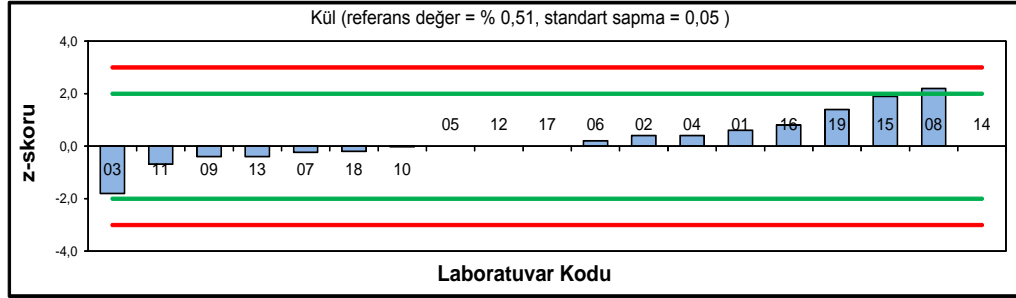
Lab. Kodu	Nem				Kül				Yağ				Protein			
	Referans deęer = % 12,96				Referans deęer = % 0,51				Referans deęer = % 1,24				Referans deęer = % 10,10			
	Standart sapma = 0,65				Standart sapma = 0,05				Standart sapma = 0,15				Standart sapma = 0,76			
	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z
01	12,58	-	-	-0,6	0,54	-	-	0,6	1,46	0,073	-	1,5	10,3	0,075	-	0,3
02	13,04	-	0,14	0,1	0,53	-	0,03	0,4	1,17	-	0,05	-0,5	10,32	-	0,24	0,3
03	13,22	-	-	0,4	0,42	-	-	-1,8	-	-	-	-	9,83	-	-	-0,4
04	12,6	0,06	-	-0,6	0,53	0,005	-	0,4	-	-	-	-	10,1	0,052	8,6	0,0
05	13,29	-	-	0,5	0,51	-	-	0,0	1,33	-	-	0,6	10,65	-	-	0,7
06	13,03	0,03	-	0,1	0,52	0,003	-	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-
07	13,109	-	-	0,2	0,498	-	-	-0,2	-	-	-	-	9,25	-	-	-1,1
08	13,1	-	-	0,2	0,62	-	-	2,2	1,2	-	-	-0,3	10,1	-	-	0,0
09	12,8	0,18	-	-0,2	0,49	0,02	-	-0,4	-	-	-	-	8,65	0,22	-	-1,9
10	13,22	0,03	0,0232	0,4	0,509	0,0025	0,0586	0,0	1,11	0,08	-	-0,9	9,93	0,206	-	-0,2
11	12,6	0,09	-	-0,6	0,476	0,027	-	-0,7	1,19	0,054	-	-0,3	10,28	0,02	-	0,2
12	10,06	0,40	-	-4,5	0,51	0,04	-	0,0	1,07	0,06	-	-1,1	9,57	0,24	-	-0,7
13	13,4	0,04	-	0,7	0,49	0,02	-	-0,4	-	-	-	-	10,16	-	-	0,1
14	12,77	0,13	0,08	-0,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	12,9	-	0,7	-0,1	0,605	-	0,05	1,9	1,18	-	0,02	-0,4	10,3	-	0,76	0,3
16	12,64	-	0,1	-0,5	0,55	-	0,01	0,8	-	-	-	-	11,32	-	0,25	1,6
17	13	0,10	0,26	0,1	0,51	0,01	0,02	0,0	1,25	0,06	0,12	0,1	10,13	0,3	0,5	0,0
18	12,12	-	-	-1,3	0,5	-	-	-0,2	1,53	-	-	1,9	10,14	-	0,41	0,1
19	12,96	0,04	0,16	0,0	0,58	0,012	0,009	1,4	-	-	-	-	-	-	-	-

Tablo 4. Buğday ununda sedimentasyon tayini sonuçları ve z-skorumları

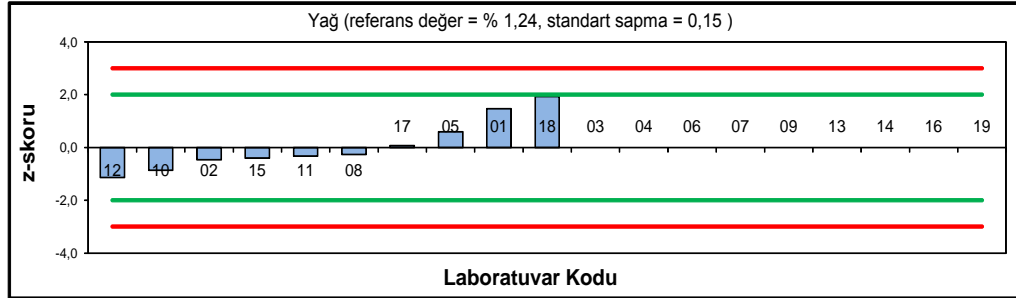
Lab. No	Sedimentasyon İndeksi			
	Referans değeri = 36			
	Standart sapma = 2			
	Sonuç	s	Belirsizlik	z
01	-	-	-	-
02	-	-	-	-
03	-	-	-	-
04	-	-	-	-
05	-	-	-	-
06	-	-	-	-
07	37	-	-	0,50
08	-	-	-	-
09	-	-	-	-
10	37	0,48	-	0,50
11	-	-	-	-
12	-	-	-	-
13	-	-	-	-
14	-	-	-	-
15	-	-	-	-
16	34	-	-	-1,00
17	-	-	-	-
18	-	-	-	-
19	-	-	-	-



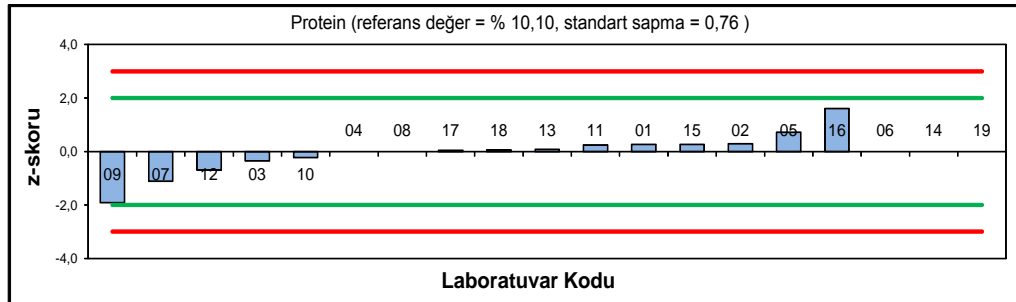
Şekil 1. Buğday ununda nem tayini sonuçları z-skoru dağılımı



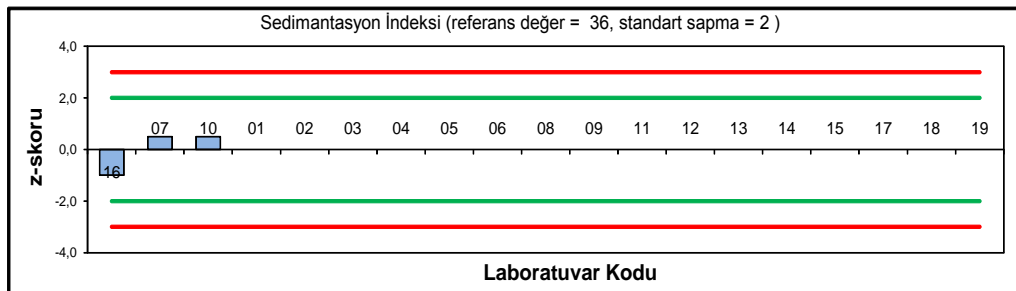
Şekil 2. Buğday ununda kül tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 3. Buğday ununda yağ tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 4. Buğday ununda protein tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 5. Buğday ununda sedimentasyon indeksi tayini sonuçları z-skoru dağılımı

Tablo 5. z-skoru dağılımları

	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$		Laboratuvar Sayısı
	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	
Nem	18	95	-	-	1	5	19
Kül	17	94	1	6	-	-	18
Yağ	10	100	-	-	-	-	10
Protein	16	100	-	-	-	-	16
Sedimentasyon İndeksi	3	100	-	-	-	-	3

Tablo 6. Sonuçların dağılımı

	Nem	Kül	Yağ	Protein	Sedimentasyon İndeksi*
Laboratuvar sayısı (n)	19	18	10	16	3
Ortanca (%)	12,96	0,51	1,20	10,14	37
Ortalama değer (%)	12,76	0,52	1,25	10,06	36
Atanmış değer (%)	12,96	0,51	1,24	10,10	36
YT değerlendirmesi için standart sapma	0,65	0,05	0,15	0,76	2
Maksimum değer (%)	13,4	0,62	1,53	11,32	37
Minimum değer (%)	10,06	0,42	1,07	8,65	34
Dağılım aralığı (Maks-Min) (%)	3,3	0,20	0,46	2,67	3

*birimsiz

8. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2005, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. Buğday Ununda Nem, Kül, Yağ, Protein ve Sedimentasyon İndeksi Tayini Yeterlilik Testi Çalışması Protokolü, Nisan 2015

EK-1 ROBUST İSTATİSTİK

Robust istatistik ile veri setinde outlier yapmadan tüm verileri dikkate alarak değerlendirme yapılır. Bu durumda ortalama değer olarak median kullanılır.

Robust Ortalama (median)

Konsensus değer tüm katılımcıların sonuçlarının robust ortalaması (median) alınarak hesaplanabilir. Robust ortalama basit olarak median olarak tanımlanır.

Tüm sonuçlar ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) en küçükten en büyüğe doğru sıra dizilir. Sıraya dizilen sonuçlarda sonuç sayısı tek ise en ortadaki değer, eğer sonuç sayısı çift ise ortadaki iki değer ortalaması alınarak hesaplanan değer median'dır.

Simetrik bir dağılımda median ve ortalama değer birbirinin aynıdır. Median çok farklı değerlerden etkilenmez.

$$X = \begin{cases} X_m & n \text{ tek sayı ise } 1, 3, 5 \\ \frac{X_m + X_{m+1}}{2} & n \text{ çift sayı ise } 2, 4, 6 \end{cases}$$

Örnek

Sonuç (g)	5,6	5,4	5,5	5,4	5,6	5,3	5,2
Küçükten büyüğe sıralanmış değerler							
Sonuç (g)	5,2	5,3	5,4	5,4	5,5	5,6	5,6

Median = 5,4