



T.C.

TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI

TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

TGKLM-LAK-2022/01 KODLU

PEYNİR NUMUNESİNDE NATAMİSİN ARANMASI

LABORATUVARLAR ARASI KARŞILAŞTIRMA ÇALIŞMASI

SONUÇ RAPORU

Ağustos 2022



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

GENEL BİLGİLER

LAK Kodu	TGKLM-LAK-2022/01
LAK Adı	Peynir Numunesinde Natamisin Aranması
Numune Gönderim Tarihi	18.07.2022
Son Sonuç Bildirim Tarihi	13.08.2022
Sonuç Raporu Tarihi	23.08.2022
Numuneyi Hazırlayanlar	Ayla KARAKUŞ Gıda Mühendisi Samet ŞAHİN Gıda Mühendisi
Numuneyi Çalışanlar	Samet ADANUR Veteriner Hekim Nagihan Y. İSKENDER Gıda Mühendisi

Yazışma Adresi:

Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü
İnönü Mah. Trabzonspor Bulvarı
No:88 Trabzon
Tel : (0462) 230 22 70
Faks : (0462) 230 22 71
e-mail: trabzon.gidalab@tarimorman.gov.tr

Organizatör:

Samet ADANUR
Katkı Kalıntı An. Lab. Birim Sorumlusu
e-mail: samet.adanur@tarimorman.gov.tr



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
1. GİRİŞ	5
2. TARAFSIZLIK VE GİZLİLİK	5
3. TEST NUMUNESİ	6
3.1.Numunenin Hazırlanması	6
3.2.Homojenlik	6
3.3.Kararlılık	6
3.4.Dağıtım	7
4. SONUÇLAR	7
5. İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRME	7
5.1.Atanmış Değer	7
5.2.Atanmış Değer Belirsizliği	7
5.3.Standart Sapma	8
5.4.Performans Değerlendirmesi	8
5.5.Katılım Sonuçları	8
6. KATILIMCI ANALİZ BİLGİLERİ	10
7. GÖZLEMLER	10
8. KAYNAKLAR	11
9. REVİZYON	11



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

ÖZET

Laboratuvarlararası karşılaştırma çalışması organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 (Uygunluk Değerlendirmesi – Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar) standardı esas alınmıştır.

LAK çalışması için başvuruda bulunan 5 katılımcıya, 18.07.2022 tarihinde “Katılımcı Laboratuvarlar İçin Talimat”, “LAK Testi Çevrim Bilgileri” ve “Sonuç Bildirim Formu” ile birlikte test numunesi gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalini analiz ederek natamisin için miktarsal olarak (mg/kg) sonuç bildirmeleri istenmiştir.

Katılımcıların tamamı analiz sonuçlarını verilen zaman aralığı içerisinde göndermişlerdir. Analiz sonuçlarının geri gönderimi itibarıyla katılım oranı %100'dür.

Atanmış Değer (X_{LAK}) ve LAK Standart Sapması (σ_{LAK}), katılımcılardan gelen sonuçlara Sağlam (Robust) İstatistik Yöntemi uygulanarak belirlenmiştir.

Atanmış Değer (X_{LAK}), LAK Standart Sapması (σ_{LAK}) ve katılımcı sonuçları kullanılarak katılımcıların z-skorları ve z'-skorları elde edilmiştir.

Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışmasına ait sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlenmiştir.

Tablo 1: LAK sonuçları özeti

Analizler	Atanmış değer (X_{LAK})	$ z \leq 2$ skor sayısı	Katılımcı sayısı	% $ z \leq 2$
Natamisin (mg/kg)	1,21	5	5	100



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

1. GİRİŞ

Laboratuvar hizmetleri yaşantımızın çeşitli alanlarında karşımıza çıkmaktadır. Bu alanlardan en önemlilerinden birisi yenilen gıdaların kontrolüdür. Gıdaların kontrolünde, analiz hizmeti sunan laboratuvarların akredite olmaları, laboratuvarların güncel, güvenilir ve kaliteli hizmet vermelerinde oldukça önemlidir.

Laboratuvarların akredite olabilmesi için önemli koşullardan birisi verilen hizmetin kalitesinin kanıtlanmasıdır. Laboratuvarlar analizlerinin güvenliğini sağlamak için İç ve Dış Kalite Kontrol çalışmaları yaparlar. İç kalite kontrol çalışmaları günlük performansın güvenliğini sağlamak amacıyla uygulanır. Ulusal veya uluslar arası düzeyde dış kalite kontrol programlarına katılım ise laboratuvarın yaptığı işin doğruluğu ve güvenilirliğinin kanıtıdır.

Akredite laboratuvarların veya akreditasyon için başvuran laboratuvarların, akreditasyon kapsamındaki analiz/analiz metotları ile ilgili LAK ve/veya YT programına katılmaları ve başarılı sonuçlar elde etmiş olmaları TÜRKAK tarafından aranan bir gerekliliktir. Laboratuvarlar bu yöntemlerle, günlük analiz performanslarının yetkinliğini kanıtlayabilirler. İyi bir şekilde organize edilmiş ve katılımcı laboratuvarlar tarafından düzgün bir şekilde uygulanmış yeterlilik testleri (YT) ve Laboratuvarlararası Karşılaştırma (LAK) programları, laboratuvarlardaki test performanslarının aktif olarak geliştirilmesi için gerekli güçlü bir araçtır.

2. TARAFSIZLIK VE GİZLİLİK

Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü'nün LAK düzenleyicisi ve aynı zamanda katılımcı olmasından dolayı, TS EN ISO/IEC 17043 Standardı gereği, numuneyi hazırlayan personel ile katılımcı olarak numuneyi çalışacak personel birbirinden bağımsız olarak seçilmiştir. Bu sebeple LAK düzenleyicisi ve aynı zamanda katılımcı olmasından dolayı herhangi bir avantaj elde etmesinin önüne geçilmiştir.

Laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamıştır. Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara katılımcı kodu verilmiştir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği katılımcı kodu ile tanımlanmış ve sonuçlar katılımcı kodu ile raporlanmıştır.



3. TEST NUMUNESİ

3.1. Numunenin Hazırlanması

LAK numunesinin hazırlanmasında yaklaşık 500g peynir numunesi kullanılmıştır. Numune natamisin varlığı açısından analiz edilmiş ve içerisinde natamisin tespit edilmemiştir. Peynir numunesine yaklaşık 1,50 mg/kg olacak şekilde natamisin standart çözeltisi katılıp numune iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan test numunesi 50mL'lik falkon tüplere, yaklaşık 50g olacak şekilde, aktararak rastgele numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -18 °C'de muhafaza edilmiştir.

3.2. Homojenlik

LAK numunesi TS ISO 13528 Standardı esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. LAK numunesinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler HPLC-DAD cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve aynı cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler aykırı değerler açısından Cochran's testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatistiksel değerlendirmede örnekler arası standart sapma (S_s) $\leq 0,3\sigma_{LAK}$ koşulunu sağlanması, homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.

3.3. Kararlılık

LAK numunesinin kararlılığı, TS ISO 13528 Standardı esas alınarak, program süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. LAK çalışması sırasında farklı zamanlarda dört örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması (\bar{y}) ile homojenlik testi verilerinin genel ortalaması (\bar{x}) arasındaki farka bakılmış ve $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_{LAK}$ koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir.

Kararlılık kontrolü için; LAK numunesi hazırlama günü, kargo iletim günü, ara kontrol ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihinde olmak üzere toplam dört farklı zamanda analizler gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerden kargo iletim günü gerçekleştirilen analizde, analiz edilen örnekler, LAK numunesinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkarılarak kargonun teslim edilmesi için geçen en uzun süre boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş örneklerdir. Bunun



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

dışındaki örnekler -18 °C’de muhafaza edilmiş ve kararlılık testi yapılacağı gün oda sıcaklığına çıkarılarak analiz edilmişlerdir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve aynı cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir. TS ISO 13528 Standardı uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan LAK numunesinin program süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermiştir.

3.4. Dağıtım

LAK numuneleri, 18.07.2022 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı olarak gönderilmiştir. LAK numunesi ile birlikte “Katılımcı Laboratuvarlar İçin Talimat”, “LAK Testi Çevrim Bilgileri” ve “Sonuç Bildirim Formu” gönderilmiş olup herbir katılımcı için belirlenmiş olan katılımcı kodu “LAK Testi Çevrim Bilgileri”nde belirtilmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcı sonuçları, LAK numunesi ile birlikte kendilerine gönderilen “Sonuç Bildirim Formu”na doldurduktan sonra belgenet sistemi üzerinden 13.08.2022 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir. LAK çalışmasına katılan laboratuvarların tamamı analiz sonucunu belirtilen sürede bildirmiştir.

5. İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRME

Atanmış Değer (X_{LAK}) ve LAK Standart Sapması (σ_{LAK}), katılımcılardan gelen sonuçlara Sağlam (Robust) İstatistik Yöntemi uygulanarak belirlenmiştir. Bu işlemler sonucu Robust Ortalama (X^*) ve Robust Standart Sapma (S^*) hesaplanmıştır.

5.1. Atanmış Değer

LAK çalışmasında natamisin parametresi için Atanmış Değer (X_{LAK}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile elde edilen Robust Ortalama (X^*) kullanılmıştır.

5.2. Atanmış Değer Belirsizliği

Atanmış değer belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$u_X = 1,25 * \frac{S^*}{\sqrt{p}}$$



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

S* : Robust Standart Sapma (Atanmış Değer (X_{LAK}))
p : Geçerli sonuç sayısı

5.3. Standart Sapma

LAK Standart Sapması (σ_{LAK}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile elde edilen Robust Standart Sapma (S^*) kullanılmıştır.

5.4. Performans Değerlendirmesi

Sonuçların istatistiksel olarak z-skor yöntemi ile değerlendirilebilmesi için atanmış değer belirsizliğinin (u_x) ihmal edilebilir olması gerekmektedir. Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı'na göre hesaplanmıştır. Atanmış değer belirsizliğinin (u_x), LAK Standart Sapmasına (σ_{LAK}) kıyasla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu tespit edilmiştir.

$(u_x) \leq 0,3\sigma_{LAK}$ koşulu sağlanamadığından atanmış değer belirsizliği ihmal edilememiş ve performans değerlendirmesinde z-skorunun yerine atanmış değer belirsizliğini de içeren z' (z prime) skoru kullanılmıştır. z' skoru aşağıda formüle göre hesaplanmıştır.

$$\mathbf{z'\text{-skor denklemleri}} \quad z' = \frac{(x - \bar{X})}{\sqrt{\hat{\sigma}^2 + u_x^2}}$$

X : Katılımcı sonucu
 \bar{x} : Atanmış değer (X_{LAK})
 Σ : LAK Standart Sapmasına (σ_{LAK})
 $u(x)$: Atanmış değer belirsizliği

z' skoru, LAK çalışması için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır.

- $|z'| \leq 2$ ise analiz uygundur.
- $2 < |z'| < 3$ ise arası kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.
- $|z'| \geq 3$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

5.5. Katılımcı Sonuçları

Katılımcıların “Sonuç Bildirim Formu” ile bildirdikleri sonuçlar üzerinden atanmış değer, LAK standart sapması, katılımcı sonuçları ve z' skorları Tablo 2 ve Tablo 3’de, z' skorları histogramı ise Şekil 1’de gösterilmiştir.



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

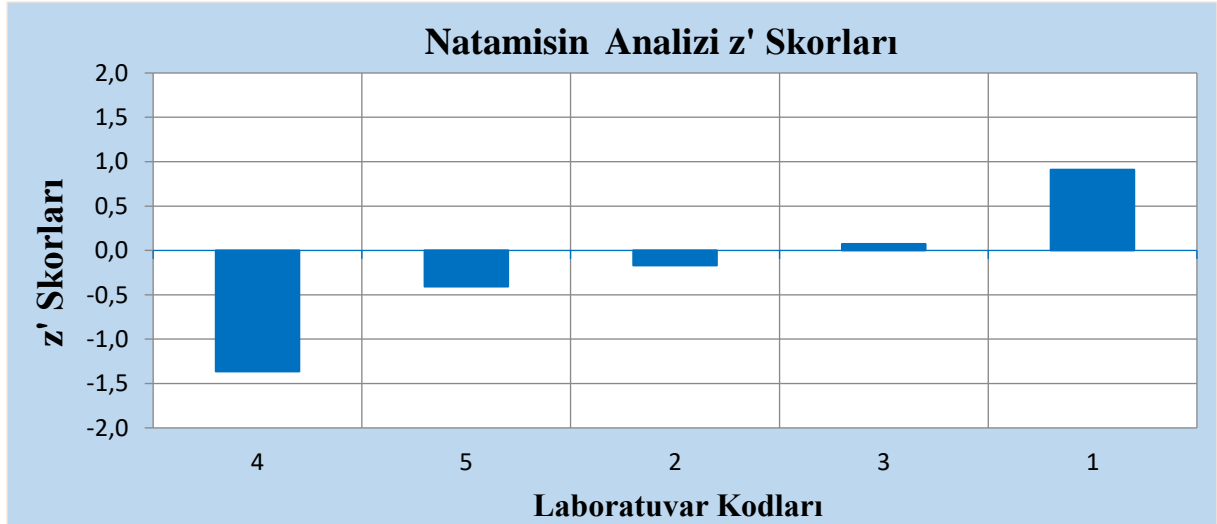
Tablo 2: Atanmış değer ve standart sapma

Analiz Adı	Katılımcı Sayısı	Atanmış değer	LAK Standart Sapmasına	Belirsizlik
	n	\bar{X}_{LAK}	σ_{LAK}	u_x
Peynirde Natamisin Analizi LAK Çalışması	5	1,21	0,076	0,034

Tablo 3: Katılımcı sonuçları ve z' skorları

Lab Kodu	Sonuç	z' skorları
1	1,29	0,9
2	1,20	-0,2
3	1,22	0,1
4	1,10	-1,4
5	1,18	-0,4

Şekil 1: z' skorları histogramı





T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

6. KATILIMCI ANALİZ BİLGİLERİ

Katılımcıların “Sonuç Bildirim Formu” ile birlikte doldurulması istenilen analiz bilgiler katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 4’de sunulmuştur.

Tablo 4: Katılımcı analiz bilgileri

Katılımcı Kodu	Analiz Metodu	Kullanılan Metot Akredite mi?	Kullanılan Cihazlar
1	J. Assoc. Anal. Chem., 1987	Evet	HPLC-DAD
2	ISO 9233-2 (IDF 140-2), 2013	Hayır	HPLC
3	ISO 9233-2 (IDF 140-2), 2007	Hayır	HPLC-DAD
4	ISO 9233-2, 2018	Hayır	HPLC
5	J. Assoc. Anal. Chem. Vol:70, No:6, 1987	Evet	HPLC-DAD

7. GÖZLEMLER

“TGKLM-LAK-2022-01 kodlu Peynirde Natamisin Aranması Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Çalışması” 5 kamu laboratuvarının katılımı ile gerçekleştirilmiştir. Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü’nün LAK düzenleyicisi ve aynı zamanda katılımcı olmasından dolayı herhangi bir avantaj elde etmesinin önüne geçilmesi amacıyla LAK numunesinin hazırlanmasında ve analiz çalışmalarında birbirinden bağımsız farklı personeller görevlendirilmiştir.

LAK çalışması sonuçlarına göre katılım oranı %100 olup katılımcıların tamamının performans değerlendirmesi ($|z| \leq 2$) uygun bulunmuştur.

Katılımcılar tarafından “Sonuç Bildirim Formu” ile beyan edilen analiz bilgileri incelendiğinde, 5 katılımcıdan 2’sinin aynı metod ve aynı cihaz ile analizde akredite olduğu görülmüştür. 3 laboratuvarın analizde aynı metodun farklı versiyonlarını kullandıkları gözlenmiştir. Katılımcıların tamamı analizi HPLC cihazı kullanılarak gerçekleştirmiştir. Analizde çoğunlukla DAD dedektör kullanıldığı bildirilmiştir.




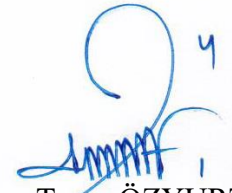
T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
TRABZON GIDA KONTROL LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
TGKLM-LAK-2022-01 Kodlu Laboratuvarlararası Karşılaştırma Çalışması

8. KAYNAKLAR

- TS EN ISO/IEC 17025 : 2017 (Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yetkinliği İçin Genel Gereklilikler)
- TS EN ISO/IEC 17043 : 2010 (Uygunluk Değerlendirmesi – Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar)
- TS ISO 13528 : 2015 (Laboratuvarlararası Karşılaştırma İle Yeterlilik Deneyinde Kullanılan İstatistiksel Yöntemler)

9. REVİZYON

Revizyon		Revizyon Yapılan Madde	Revizyon Nedeni	Revizyon Yapan
No	Tarih			

Hazırlayan	Onaylayan
 Samet ADANUR Katkı Kalıntı Analizleri Laboratuvarı Birim Sorumlusu	 Taner ÖZYURT Müdür V.