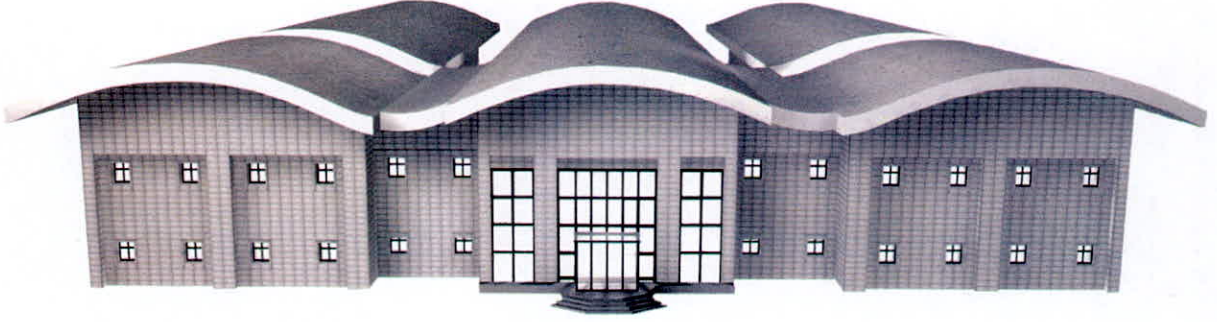




T.C.  
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI  
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Toplam Migrasyon Analizi  
UGRL YT Raporu-AMB001  
Eylül-Aralık 2019

**İÇİNDEKİLER**

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

**TABLolar**

|   |    |
|---|----|
| Tablo 1. Yeterlilik testi sonuçları özeti                           | 4  |
| Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme   | 6  |
| Tablo 3. Toplam Migrasyon için özet istatistik değerlendirmesi      | 9  |
| Tablo 4. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması               | 9  |
| Tablo 5. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi | 9  |
| Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorum                            | 10 |
| Tablo 7. Katılımcı analiz bilgileri                                 | 12 |

**ŞEKİLLER**

|                           |    |
|---------------------------|----|
| Şekil 1. Toplam Migrasyon | 11 |
|---------------------------|----|

**GENEL BİLGİLER**

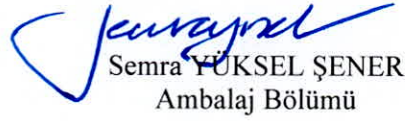
**YT Çevrim Kodu ve Adı:** AMB001 Toplam Migrasyon Analizi

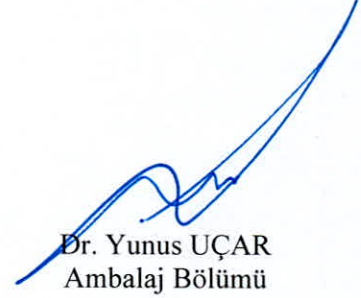
**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 24/09/2019

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 01/11/2019

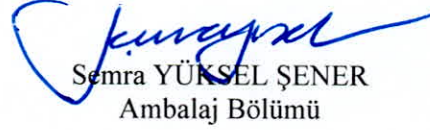
**Rapor Yayın Tarihi:** 03/12/2019

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Semra YÜKSEL ŞENER  
Ambalaj Bölümü

  
Dr. Yunus UÇAR  
Ambalaj Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Semra YÜKSEL ŞENER  
Ambalaj Bölümü

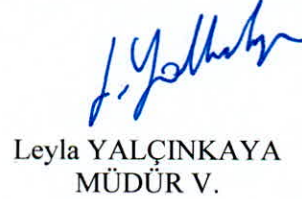
**YT Koordinatörü:**

  
Dr. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**Tel.:** 0(312)3274181/1149

**e-posta:** alp.cetinkaya@tarimorman.gov.tr

**Raporu Onaylayan:**

  
Leyla YALÇINKAYA  
MÜDÜR V.

**YT Düzenleyici:**

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70 06170

Yenimahalle-ANKARA

**Tel.:**0(312) 327 41 81

**Faks:**0(312) 327 41 56

**e-posta:** ugrl@tarimorman.gov.tr

**Web:** http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans

**ÖZET**

- Toplam Migrasyon Analizi (Tam daldırma/etanolde) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043<sup>1</sup> esas alınmıştır.
- Çevrim için başvuruda bulunan 15 katılımcıya, 24.09.2019 tarihinde 'Katılımcı Bilgilendirme Formu' ile birlikte 10 dm<sup>2</sup> test materyali (plastik film) Toplam Migrasyon Analizi için gönderilmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan AMB001 kodlu çevrime özgü 'AMB001-Analiz Sonuç Bildirim Formu' ile toplanmıştır. 15 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, Toplam migrasyon için atanmış değer ( $x_{pt}$ ), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Her bir katılımcı için z-skoru, atanmış değer ( $x_{pt}$ ) ve yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer  $|z| \leq 2$  ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Toplam Migrasyon Analizi (Tam daldırma/etanolde) Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1'de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik testi sonuçları özeti

| Analit  | Atanmış değer( $x_{pt}$ )<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | $ z  \leq 2$<br>skor sayısı | Toplam skor<br>sayısı | % $ z  \leq 2$ |
|---|--|-----------------------------|-----------------------|----------------|
| Toplam Migrasyon Analizi<br>(Tam daldırma/etanolde) | 1,84   | 15                          | 15                    | 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 Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

## 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 1000 dm<sup>2</sup> plastik film temin edilmiştir. Plastik film yapı tayini analizi FTIR cihazı ile yapılmış ve poliamid (PA) olduğu görülmüştür. Plastik film numuneleri yaklaşık 10 dm<sup>2</sup> alanı geçecek şekilde kesilmiştir. Bu şekilde 52 adet numune hazırlanıp numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

#### 3.2. HOMOJENLİK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 16 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Numunelerin homojenlik analizleri tam daldırma metoduyla %95 etil alkol simülantı ile 60°C'de 6 saat şartlarında gerçekleştirilmiştir. ISO 13528 Standardı esas alınarak, homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatistiksel değerlendirme ( $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ ) homojenliğin yeterli olduğunu göstermektedir. 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

| ISO 13528'e göre                   | Toplam Migrasyon (mg/dm <sup>2</sup> ) |
|------------------------------------|--|
| Ortalama                           | 1,27                                   |
| $\sigma_{pt}$                      | 0,90                                   |
| 0,3 x $\sigma_{pt}$ (kritik değer) | 0,27                                   |
| $s_x$ (örnek ort. std. sapması)    | 0,25                                   |
| $s_w$ (örnek-içi std. sapma)       | 0,40                                   |
| $s_s$ (örnekler-arası std.sapma)   | 0,00                                   |
| $s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$         | GEÇER                                  |

#### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (plastik film), 24.09.2019 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. Katılımcılardan, analiz sonuçları ve metot bilgilerini <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki AMB001 kodlu çevrime özgü 'AMB001-Analiz Sonuç Bildirim 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) her ikisine de göndermeleri istenmiştir.

#### 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan yeterlilik test materyalinde tespit ettikleri toplam migrasyon miktarını “mg/dm<sup>2</sup>” cinsinden, virgülden sonra iki haneli olacak şekilde ilgili çevrime ait **YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’na kaydetmeleri istenmiştir. Katılımcılardan ayrıca; kullanılan analiz metodu bilgisinin de forma kaydedilmesi ve formun ikinci kısmında yer alan “Analiz ile İlgili Bilgiler” tablosunun doldurulması istenmiştir. Yeterlilik testine başvuru yapan 15 katılımcının tamamı sonuç bildirmiştir.

#### 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerın standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değeri belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, birim hatası tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirilmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapıldı. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı.

##### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Toplam migrasyon için atanmış değeri ( $x_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanılmıştır. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15’e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır<sup>3</sup>.

##### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında, EN 1186-1<sup>4</sup>e göre belirtilen 1mg/dm<sup>2</sup> değerinin 9/10’u (=0,9 mg/dm<sup>2</sup>) kullanılmıştır. z=-2 skoruna karşılık gelen değeri sıfırın altına düşmemesi için bu değeri amaca uygun şekilde azaltılmıştır.

##### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

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

$x_i$ : Katılımcı sonucu

$x_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

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

$$\begin{array}{ll} |z| \leq 2 & \text{Uygun} \\ |z| > 2 & \text{Uygun Değil} \end{array}$$

İlgili analite ilişkin atanmış değer belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

$u(x_{pt})$ : Atanmış değer belirsizliği

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma

$p$ : Katılımcı sayısı

#### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Toplam migrasyon için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 3'de, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 4'de,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5'de verilmektedir. Katılımcıların '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-AMB001**' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları ile birlikte Tablo 6'da özetlenmektedir ve Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir.



**Tablo 3.** Toplam Migrasyon için özet istatistik değerlendirmesi

| Toplam Migrasyon                            |             |
|---|-------------|
| Sonuç sayısı                                | 15          |
| Sonuç aralığı (mg/dm <sup>2</sup> )         | 0,5-2,3     |
| Sonuçların ortancası (mg/dm <sup>2</sup> )  | 1,87        |
| Sonuçların ortalaması (mg/dm <sup>2</sup> ) | 1,77        |
| Atanmış değer (mg/dm <sup>2</sup> )         | <b>1,84</b> |
| Sağlam standart sapma (mg/dm <sup>2</sup> ) | 0,36        |
| z  ≤ 2 sonuç sayısı                         | 15          |
| z  > 2 sonuç sayısı                         | 0           |

**Tablo 4.** Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

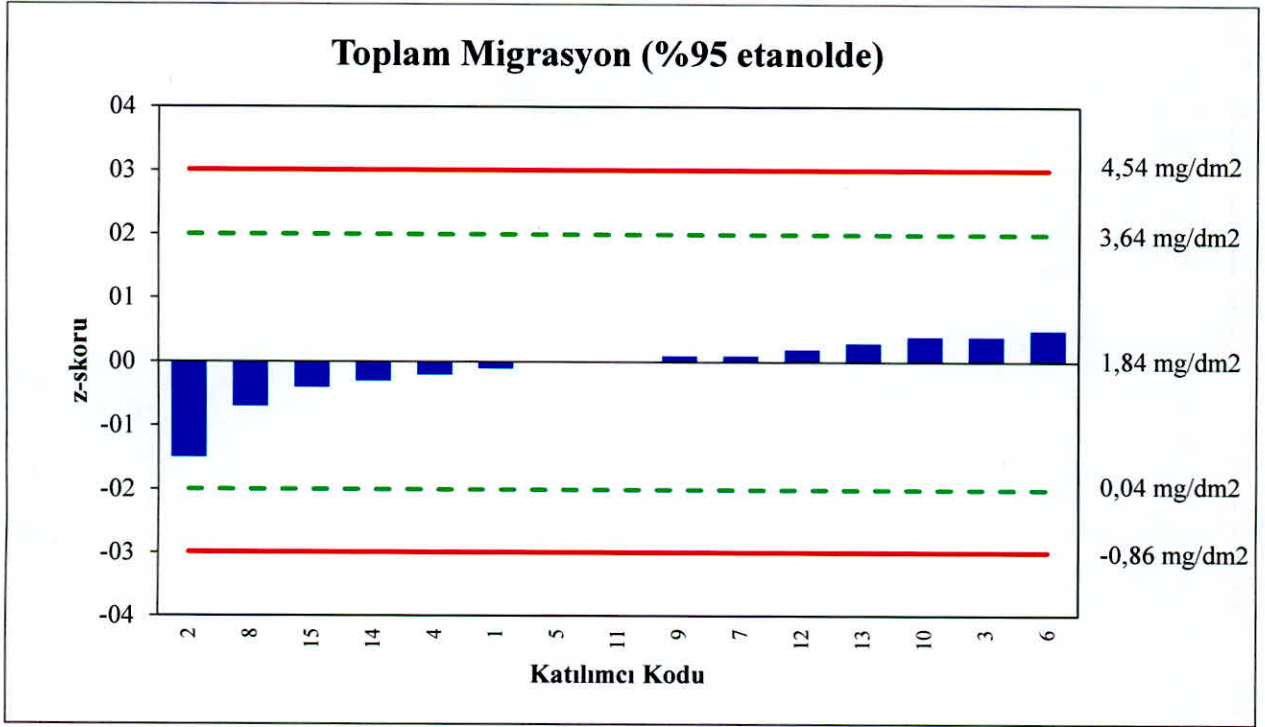
| Analit                                      | Veri sayısı (n) | Atanmış değer (x <sub>pt</sub> )<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | Belirsizlik (u(x <sub>pt</sub> )) | Yeterlilik standart sapması (σ <sub>pt</sub> )<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) |
|---|-----------------|---|-----------------------------------|---|
| Toplam Migrasyon<br>(Tam daldırma/etanolde) | 15              | 1,84  | 0,12                              | 0,90  |

**Tablo 5.** |z| ≤ 2 aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

| Analit                                      | z  ≤ 2 skor sayısı | Toplam skor sayısı | (%)  z  ≤ 2 |
|---|--------------------|--------------------|-------------|
| Toplam Migrasyon<br>(Tam daldırma/etanolde) | 15                 | 15                 | 100         |

**Tablo 6.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

| Katılımcı Kodu | Toplam Migrasyon (%95 etanolde)     |         |
|----------------|-------------------------------------|---------|
|                | Atanmış Değer (mg/dm <sup>2</sup> ) | 1,84    |
|                | Sonuç (mg/dm <sup>2</sup> )         | z-skoru |
| 1              | 1,75                                | -0,1    |
| 2              | 0,5                                 | -1,5    |
| 3              | 2,22                                | 0,4     |
| 4              | 1,67                                | -0,2    |
| 5              | 1,85                                | 0,0     |
| 6              | 2,3                                 | 0,5     |
| 7              | 1,97                                | 0,1     |
| 8              | 1,2                                 | -0,7    |
| 9              | 1,9                                 | 0,1     |
| 10             | 2,17                                | 0,4     |
| 11             | 1,87                                | 0,0     |
| 12             | 2,06                                | 0,2     |
| 13             | 2,1                                 | 0,3     |
| 14             | 1,55                                | -0,3    |
| 15             | 1,49                                | -0,4    |



Şekil 1. Toplam Migrasyon z-skorları Histogramı

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-AMB001' ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 7'de sunulmaktadır.

**Tablo 7.** Katılımcı analiz bilgileri

| Akredite metot   | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
|--|------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|
| Evet   | 01               | 02 | 03 | 04 | 05 | 06 | 07 | 08 | 09 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 |  |
| Hayır  | 10               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| Metot Kaynağı  | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| TS EN 1186-14  | 01               | 02 | 03 | 05 | 08 | 09 | 10 | 11 | 14 |    |    |    |    |    |  |
| TS EN 1186-1, TS EN 1186-14                              | 12               | 15 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| Standart metot   | 06               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| EEC Direktifleri,<br>TS EN 1186/1-15,<br>TGK Tebliğleri  | 04               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| TS EN 1186-3   | 07               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| TS EN 1186-1, TS EN 1186-14,<br>TGK 2013/34, TGK 2013/35 | 13               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |

## 7. GÖZLEMLER

Toplam Migrasyon analiz ve raporlama yetkisine sahip 1 kamu ve 14 özel laboratuvarların katılımı ile gerçekleştirilen AMB001-Toplam Migrasyon Analizi Yeterlilik Testi sonuçlarına göre; katılımcı laboratuvarların tamamı başarılı olup  $|z| \leq 2$  oranı %100'dür.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz metot bilgileri incelendiğinde, 14 katılımcının analizde akredite olduğu, 1 katılımcının akredite olmadığı görülmektedir.

## 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 TS EN 1186-1:2002 Materials and articles in contact with foodstuffs-Plastics-