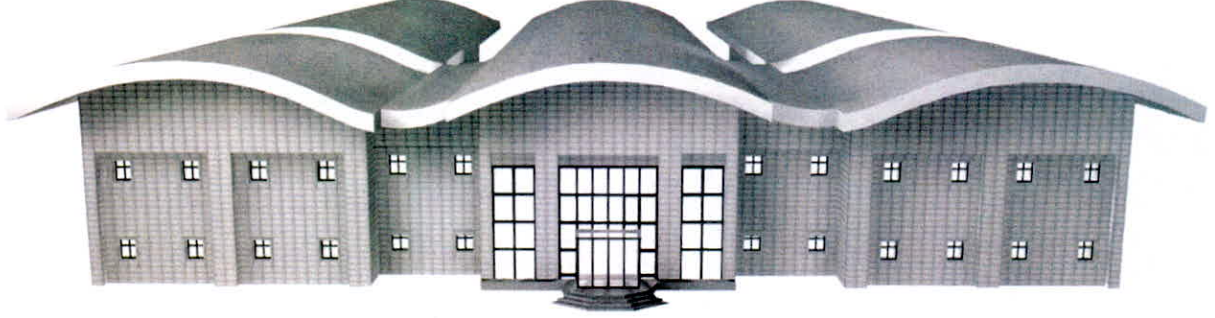




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Toplam Migrasyon Analizi
UGRL YT Raporu-AMB002
Ekim2020-Ocak 2021

GENEL BİLGİLER

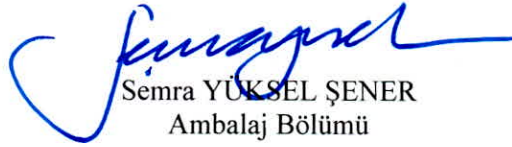
YT Çevrim Kodu ve Adı: AMB002 Toplam Migrasyon Analizi


Test Materyali Gönderim Tarihi: 27/10/2020

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 01/12/2020

Rapor Yayın Tarihi: 06/01/2021

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 Bölüm Sorumlusu

Tel.: 0(312)3274181/1149

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

Raporu Onaylayan:


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

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

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
1. GİRİŞ	5
2. GİZLİLİK	5
3. TEST MATERYALİ	6
3.1. HAZIRLAMA	6
3.2. HOMOJENLİK	6
3.3. DAĞITIM	6
4. SONUÇLAR	7
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRİLMESİ	7
5.1. ATANMIŞ DEĞER	7
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	7
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	8
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	8
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	12
7. GÖZLEMLER	12
8. REFERANSLAR	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-skorları	10
Tablo 7. Katılımcı analiz bilgileri	12

ŞEKİLLER

Şekil 1. Toplam Migrasyon z-skorları histogramı	11
---	----

ÖZET

- Toplam Migrasyon Analizi (Tam daldırma, %95 Etil Alkol) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.
- Çevrim için başvuruda bulunan 18 katılımcıya, 27.10.2020 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 10 dm² test materyali (plastik film) Toplam Migrasyon Analizi için gönderilmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan AMB002 kodlu çevrime özgü ‘AMB002-Analiz Sonuç Bildirim Formu’ ile toplanmıştır. 18 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına² 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 (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Toplam Migrasyon Analizi (Tam daldırma, %95 Etil Alkol) Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik testi sonuçları özeti

Analit	Atanmış değer(x_{pt}) (mg/dm ²)	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
Toplam Migrasyon Analizi (Tam daldırma,%95 Etil Alkol)	1,82	18	18	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”in Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e 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 700 dm² plastik film temin edilmiştir. Plastik film yapı tayini analizi FTIR cihazı ile yapılmış ve poliamid (PA) olduğu görülmüştür. Plastik film numuneleri alanı yaklaşık 10 dm² olacak şekilde kesilmiştir. Bu şekilde 55 adet numune hazırlanıp numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Numunelerin homojenlik analizleri %95 Etil Alkol simulantı ile 40°C'de 10 gün şartlarında tam daldırma metoduyla 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 ²)
Ortalama	1,22
σ_{pt}	0,90
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,27
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,20
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,25
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,08
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (plastik film), 27.10.2020 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 AMB002](#) kodlu çevrime özgü ‘AMB002-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/dm²” 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 18 katılımcının tamamı sonuç bildirmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değer standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, birim hatası tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi 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 değer (x_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15’e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır³.

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, EN 1186-1⁴e göre belirtilen 1mg/dm² değerinin 9/10’u (=0,9 mg/dm²) kullanılmıştır. z=-2 skoruna karşılık gelen değer in sıfırın altına düşmemesi için bu değer amaca uygun şekilde azaltılmıştır.

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 yorumlanmaktadır:

$|z| \leq 2$ Uygun

$|z| > 2$ Uygun Değil

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-AMB002**' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorum 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	18
Sonuç aralığı (mg/dm ²)	0,98-3,20
Sonuçların ortancası (mg/dm ²)	1,92
Sonuçların ortalaması (mg/dm ²)	1,87
Atanmış değer (mg/dm ²)	1,82
Sağlam standart sapma (mg/dm ²)	0,49
z ≤ 2 sonuç sayısı	18
z > 2 sonuç sayısı	0

Tablo 4. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

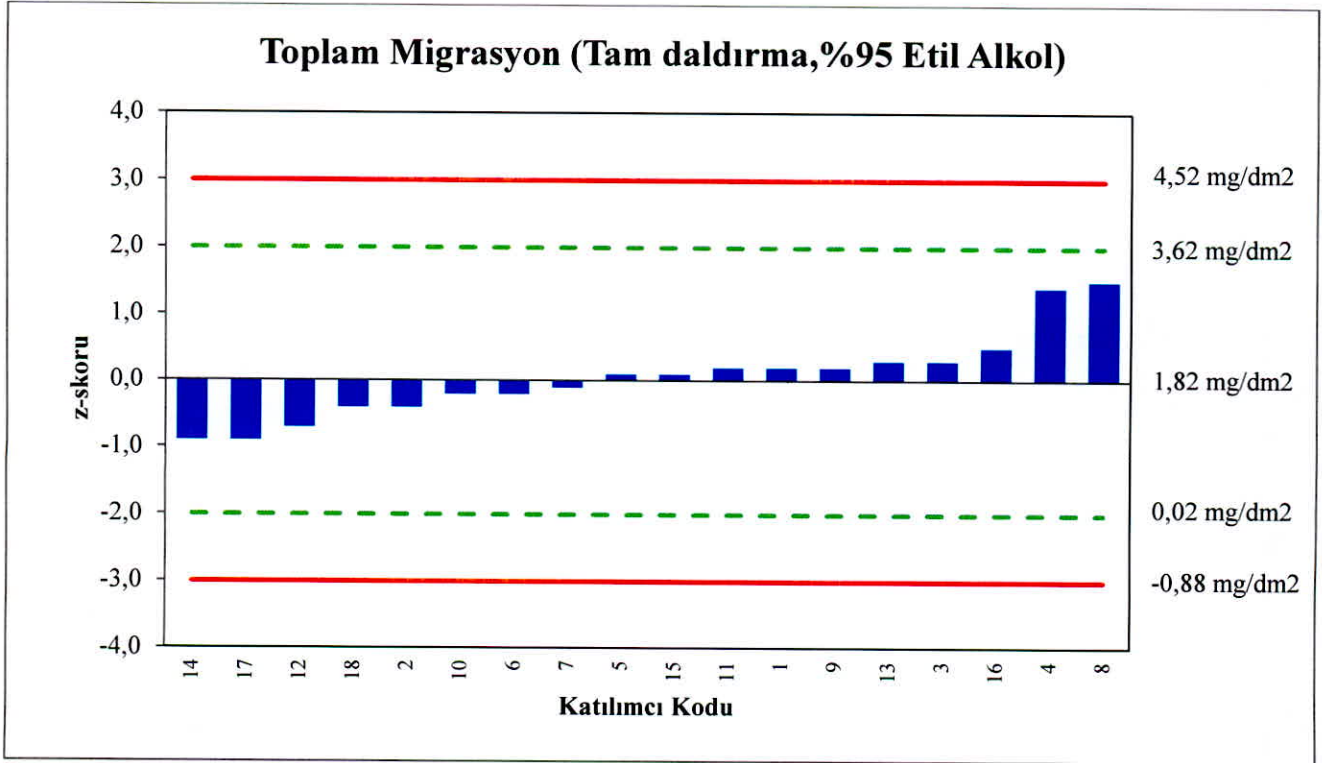
Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (x _{pt}) (mg/dm ²)	Belirsizlik (u(x _{pt}))	Yeterlilik standart sapması (σ _{pt}) (mg/dm ²)
Toplam Migrasyon (Tam daldırma, %95 Etil Alkol)	18	1,82	0,14	0,90

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

Analit	z ≤ 2 skor sayısı	Toplam skor sayısı	(%) z ≤ 2
Toplam Migrasyon (Tam daldırma, %95 Etil Alkol)	18	18	100

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

Katılımcı Kodu	Toplam Migrasyon (%95 Etil Alkol)	
	Atanmış Değer (mg/dm ²)	1,82
	Sonuç (mg/dm ²)	z-skorum
1	1,98	0,2
2	1,5	-0,4
3	2,1	0,3
4	3,1	1,4
5	1,9	0,1
6	1,67	-0,2
7	1,75	-0,1
8	3,2	1,5
9	2	0,2
10	1,63	-0,2
11	1,98	0,2
12	1,16	-0,7
13	2,05	0,3
14	0,98	-0,9
15	1,93	0,1
16	2,26	0,5
17	1,05	-0,9
18	1,5	-0,4



Şekil 1. Toplam Migrasyon z-skorları Histogramı

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-AMB002’ 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	03	04	05	07	08	09	10	11	12	13	14	15	17	18	
Hayır	02	06	16													
Metot Kaynağı	Laboratuvar Kodu															
TS EN 1186-14	03	07	08	09	11	15	16	17								
TS EN 1186-1, TS EN 1186-14	01	04	12													
BS EN 1186-1	02															
TS EN 1186-1, TS EN 1186-3, TS EN 1186-14	10															
TS EN ISO 1186-2/14	14															
TS EN 1186-3	05	06														
TS EN 1186-3, TS EN 1186-14	13	18														

7. GÖZLEMLER

Toplam Migrasyon analiz ve raporlama yetkisine sahip 1 kamu ve 17 özel laboratuvarların katılımı ile gerçekleştirilen AMB002-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, 15 katılımcının analizde akredite olduğu, 3 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