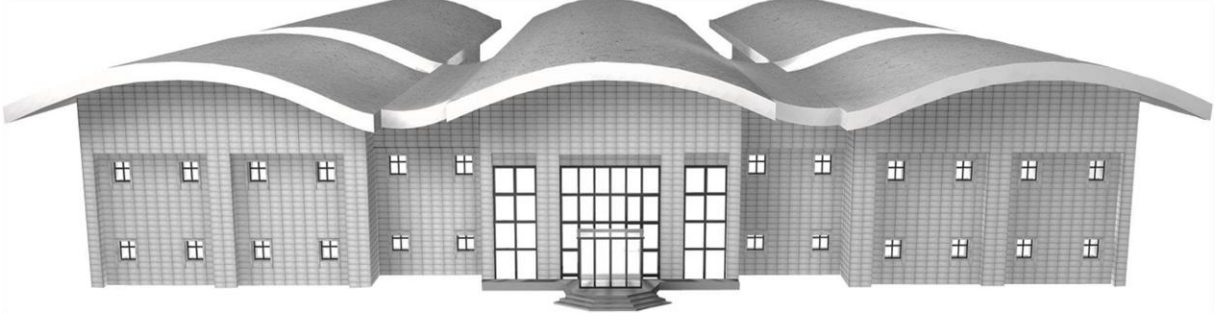




**T.C.**  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



# **YETERLİLİK TESTİ**

## **SONUÇ RAPORU**

**Enerji İçeceğinde Kafein Analizi**  
**UGRL YT Raporu- KOB002**  
**Eylül-Ekim 2020**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrim Kodu ve Adı:** KOB002-Enerji İçeceğinde Kafein Analizi

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 15/09/2020

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 14/10/2020

**Rapor Yayın Tarihi:** 23/10/2020

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr.Suna DOKUMACI  
Katkı, Tağşiş,  
Orijin Bel.Bölümü

  
Nuriye FURKARSLAN  
Katkı, Tağşiş,  
Orijin Bel.Bölümü

  
Dr.Özge C. AÇAR  
Katkı, Tağşiş,  
Orijin Bel.Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr.Özge ÇETİNKAYA AÇAR  
Katkı, Tağşiş, Orijin Belirleme Bölümü

**YT Koordinatörü:**

  
Dr.Kazım SEZER  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu V.  
Tel.: 0312 327 41 81 / 1149 (dahili)  
e-posta: kazim.sezer@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.:** 0312 327 41 81  
**Faks:** 0312 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 VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM .....	9
4. SONUÇLAR .....	9
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	10
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	10
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	10
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	10
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI .....	11
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	14
7. GÖZLEMLER .....	16
8. REFERANSLAR .....	17

## TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	7
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme .....	8
Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme.....	9
Tablo 5. Özet istatistik değerlendirmesi.....	11
Tablo 6. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	11
Tablo 7. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	11
Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....	12
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	14

## ŞEKİLLER

Şekil 1. Kafein için z-skorları histogramı.....	13
---	----

**ÖZET**

Enerji İçeceği Kafein Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043<sup>1</sup> esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 37 katılımcıya, 15/09/2020 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 100 ml test materyali (enerji içeceği) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan kafein için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan KOB002 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 37 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, test materyalinde yer alan kafein için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır.
- Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ), uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.
- 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.
- Enerji İçeceği Kafein Analizi Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (mg/L)	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
Kafein	137	36	37	97

## 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” ‘in 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 yaklaşık 7 litre enerji içeceği kullanılmıştır. Temin edilen enerji içeceği analiz edilmiş ve içerisinde 135 mg/L kafein tespit edilmiştir. Enerji içeceğine herhangi bir spike ya da seyreltme yapılmadan, enerji içeceği iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan test materyali, yeterlilik test materyali şişelerine en az 100'er ml olacak şekilde aktararak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar +4 °C'de muhafaza edilmiştir.

#### 3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2015 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler HPLC-DAD cihazı ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açılarından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatiksel değerlendirmede  $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.  $\sigma_{pt}$  hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş uygun Horwitz eşitliği kullanılmıştır<sup>3</sup>. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 2'de verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Sıra no	Kafein (mg/L)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	135	136
2	134	137
3	136	138
4	138	138
5	132	135
6	135	133
7	132	134
8	134	134
9	135	134
10	136	135
11	136	134
12	133	135
<b>Ortalama</b>	135	
$\sigma_{pt}$ (Horwitz, $\sigma_{pt}=0,02c^{0,8495}/mr$ )	10,3	
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik değer)</b>	<b>3,1</b>	
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	1,5	
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	1,3	
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	<b>1,1</b>	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi, yeterlilik test materyali kargo iletim günü, yeterlilik testi çevrimi ortası ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerden kargo iletim günü gerçekleştirilen deneyde analiz edilen örnekler, yeterlilik test materyallerinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkarılarak kargonun teslim edilmesi için geçen en uzun süre boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş örneklerdir. Bunun dışındaki örnekler +4 °C’de muhafaza edilmiş ve kararlılık testi yapılacağı gün oda sıcaklığına çıkarılarak analiz edilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, yukarıda belirtilen zamanlarda iki tekrarlı olarak analiz edilen üçer örnekten elde edilen sonuçların ortalaması ( $\bar{y}$ ) ile homojenlik testi verilerinden seçilen üç örneğe ait iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması ( $\bar{x}$ ) arasındaki farka bakılmış ve  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir.  $\sigma_{pt}$  değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır. ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen bu kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3’te verilmektedir.

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528)

	Kafein (mg/L)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM Hazırlama Günü	134	137					
	132	135	135	---	---	---	---
	136	134					
YTM Gönderimi Öncesi	134	132					
	136	137	135	<b>0,2</b>	10,3	<b>3,1</b>	<b>GEÇER</b>
	135	135					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	132	135					
	132	133	134	<b>1,0</b>	10,3	<b>3,1</b>	<b>GEÇER</b>
	135	135					
YT Çevrimi Ortası	136	134					
	138	136	136	<b>1,3</b>	10,3	<b>3,1</b>	<b>GEÇER</b>
	137	135					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	134	132					
	132	134	134	<b>1,2</b>	10,3	<b>3,1</b>	<b>GEÇER</b>
	133	136					

Kararlılık testi verileri ayrıca F-testi ile de değerlendirilerek, çevrim süresi boyunca analit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasında oluşan farkın istatistiksel olarak önemli olup olmadığı kontrol edilmiştir. Varyans analizinin kontrol ve karşıt hipotezleri şöyledir:

$H_0$ : Analit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

$H_1$ : En az iki örneğin, analit konsantrasyonu bakımından aralarındaki fark tesadüften ileri gelmemektedir.

Varyans analizi sonuçları incelendiğinde, F değerlerinin  $F_{kritik}$  değerlerinden küçük olduğu görülmüştür, dolayısıyla  $H_0$  hipotezi kabul edilir. Analit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

Kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları Tablo 4'te verilmektedir.



**Tablo 4.** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme

Kafein (mg/L)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	134	134	132	136	134	
	137	132	135	134	132	
	132	136	132	138	132	
	135	137	133	136	134	
	136	135	135	137	133	
	134	135	135	135	136	
Toplam	808	809	802	816	801	
Ortalama	135	135	134	136	134	135
Varyans	3,1	3,0	2,3	2,0	2,3	12,6

Cochran's test 0,2434  
k=5 grup, n-1=5 SD, %95 0,5065  
**Varyansların homojenliği GEÇER**

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	24,466667	4	6,116666667	2,4272486	0,07440567	2,758710
Grup içi	63	25	2,52			
Toplam	87,46666667	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (enerji içeceği), 15/09/2020 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.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresindeki KOB002 kodlu çevrime özgü '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**'nu kullanarak, test materyalinde yer alan kafein için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Elektronik ortamda doldurulan formun, başvuru formunda belirtilen resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adresi üzerinden, çevrim koordinatörü e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin her ikisine de 14/10/2020 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 37 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve yeterlilik standart sapmasının hesaplanmasında kullanılacak istatistiksel yöntem belirlenmeden önce, katılımcılar tarafından iletilen sonuçların uygunluk yönünden değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu amaçla kaba hata olup olmadığı kontrol edilmiş, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk testi) değerlendirilmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapılmıştır. Değerlendirmeler sonucunda, tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan kafein için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır<sup>2</sup>. Katılımcı sonuçları içerisinde aykırı değer oranının düşük olması sebebiyle Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.<sup>4,5</sup>

Atanmış değer belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

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

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

$p$ : Geçerli sonuç sayısı

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılmıştır<sup>3</sup>. Kafein için  $\sigma_{pt}$ , boyutsuz konsantrasyon  $1,2 \times 10^{-7}$ 'den yüksek analitler için kullanılan ve aşağıda belirtilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\sigma_{pt} = 0,02 c^{0,8495}/mr$$

$c$ : Analit konsantrasyonu (Atanmış değer ( $X_{pt}$ )) (boyutsuz konsantrasyon olarak ifade edilir.)

$mr$ : Boyutsuz konsantrasyon (Örn: 1 ppm= $10^{-6}$ )

### 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<sup>6</sup>.

$$\begin{aligned} |z| \leq 2 & \quad \text{Uygun} \\ |z| > 2 & \quad \text{Uygun Değil} \end{aligned}$$

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

Kafein için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 5'te, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 6'da,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 7'de verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorum ile birlikte Tablo 8'de özetlenmektedir ve Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 5.** Kafein için özet istatistik değerlendirmesi

Kafein	
Sonuç sayısı	37
Sonuç aralığı (mg/L)	115,2 - 147
Sonuçların ortancası (mg/L)	136
Sonuçların ortalaması (mg/L)	138
Atanmış değer (mg/L)	<b>137</b>
Sağlam standart sapma (mg/L)	5,7
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	36
$ z  > 2$ sonuç sayısı	1

**Tablo 6.** Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

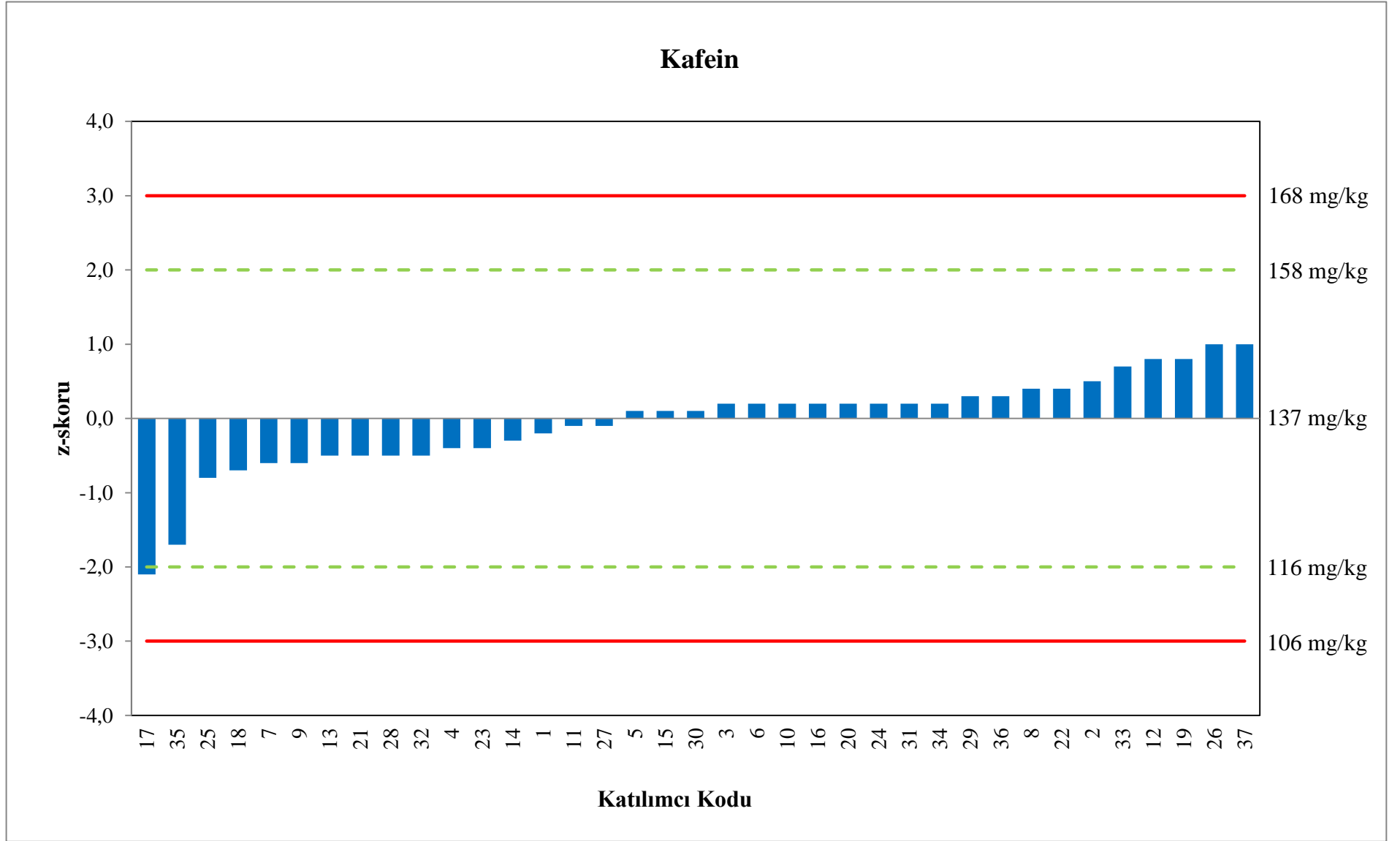
Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (mg/L)	Belirsizlik ( $u(X_{pt})$ )	Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) (mg/L)
Kafein	37	137	1,2	10,4

**Tablo 7.**  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ skor yüzdesi (%)
Kafein	36	37	97

**Tablo 8.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları (  $| z | > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Kafein		
	Atanmış Değer	137 mg/L	
	Sonuç (mg/L)	LOQ (mg/L)	z-skoru
01	135	0,01	-0,2
02	142	0,28	0,5
03	138,78	600	0,2
04	133	3	-0,4
05	138	10	0,1
06	139	1	0,2
07	131	10	-0,6
08	140,9	0,085	0,4
09	131	0,2	-0,6
10	139	5	0,2
11	136	0,75	-0,1
12	145	12,77	0,8
13	132	10	-0,5
14	134	1,02	-0,3
15	138	7,59	0,1
16	139	10	0,2
17	115,2	1	<b>-2,1</b>
18	130	10	-0,7
19	145	10,3	0,8
20	139	1	0,2
21	131,83	Bildirilmedi	-0,5
22	141,28	37,608	0,4
23	132,45	0,25	-0,4
24	138,71	56,33	0,2
25	129,03	9,68	-0,8
26	147	2	1,0
27	135,5	5	-0,1
28	132	20	-0,5
29	139,59	11,27	0,3
30	138	5	0,1
31	139,13	100	0,2
32	132	10	-0,5
33	144	0,2	0,7
34	139,01	16,91	0,2
35	119	20	-1,7
36	140	0,211	0,3
37	147	1,25	1,0



Şekil 1. Kafein için z-skorları histogramı

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9’da sunulmaktadır.

**Tablo 9.** Katılımcı analiz bilgileri

<b>Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
AOAC Vol 76/2 1993	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 12 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 28 29 31 32 33 36 37
AOAC 979.08	11 17 30
BVL L 46.00-3	27 35
AOAC 979.08, TS ISO 10727	34
TS ISO 10727	26
TS EN 12856	13
<b>Kullanılan Metot Akredite mi?</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Evet	02 04 05 07 08 09 12 13 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 27 28 29 30 31 33 35 37
Hayır	01 03 06 10 11 14 15 26 32 34
Bildirilmedi	36
<b>Kullanılan cihaz/teknik:</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
HPLC	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37
<b>Alınan numune miktarı (g ya da ml):</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
<1	01 05 18 31 36
≥1-<5	04 06 07 09 15 20 22 24 27 33 34
≥5-<10	17 19 25 28 32 37
≥10-<20	02 03 08 12 13 29 35
≥20-<50	21 26
Bildirilmedi	10 11 14 16 23 30
<b>Numune analiz öncesi degaze edildi mi?</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Evet	01 04 05 06 08 12 14 15 16 18 23 24 25 27 28 29 30 31 33 34 35 36
Hayır	03 07 11 13 19 20 37
Bildirilmedi	02 09 10 17 21 22 26 32

HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	02 03 04 05 06 08 10 12 13 15 17 18 20 21 22 23 24 26 27 28 29 32 33 35 37
Solvent ekstraksiyonu	07 19 25
Ekstraksiyon yapılmadı	11 14 16 30
Diğer	34 36
Bildirilmedi	01 09 31
Dedektör tipi:	Laboratuvar Kodu
DAD	01 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 23 24 25 27 28 29 31 33 34 35 36 37
UV	02 22 26 30 32
Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 19 20 22 23 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 37
INERTSİL ODS-3	18
C8	24
Diğer	21 36
Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
<5	17 34
≥5-<10	22
≥10-<25	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 16 18 19 20 23 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 37
≥25-<50	15
≥50-<100	24
Bildirilmedi	21
Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
≥20-<50	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37
≥50	17
Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	03 04 05 06 07 08 10 11 13 14 16 17 18 19 21 22 23 24 25 27 28 29 30 32 33 34 35 36 37
Hayır (Gradient)	20 26 31
Bildirilmedi	01 02 09 12 15

Mobil faz bileşenleri	Laboratuvar Kodu
Asetonitril	01 03 04 05 08 11 13 14 19 21 24 30 32
Metanol:su	15 26 27 28 34 35
Su	23 37
Metanol	10
Acetonitril-Su	07 09
Potasyum dihidrojen fosfat tamponu - Asetonitril	02 06 12 18 20 22 29 31 33
Tampon Çözelti : Asetonitril	16 25
%20 lik asetik asit-%2 lik propanol çözeltisi	17
%20 Asetik Asit - Sodyum asetat ile pH ayarlanması	36
Kullanılan standartın markası:	Laboratuvar Kodu
Sigma/Aldrich	07 10 11 14 17 19 22 26 27 29 30 32 35
Dr.Ehrenstorfer	04 05 06 12 13 18 20 21 24 25 28 31 37
Merck	01 02 08 34 36
Supelco	15 23
Fluka	03
Alfa Aesar	16
Chem Service	33
Bildirilmedi	09
Geri kazanım düzeltilmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	04 23 24 28 29 34 35 36
Hayır	01 02 03 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 25 26 27 30 31 32 33 37

## 7. GÖZLEMLER

37 adet kamu ve özel laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen “KOB002 Enerji İçeceği Kafein Analizi Yeterlilik Testi Çevrimi” sonuçlarına göre; uygun performans ( $|z| \leq 2$ ) oranı % 97’dir. 37 katılımcıdan bir katılımcı uygun z-skoru aralığının dışında ( $|z| > 2$ ) sonuç bildirmiştir.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz bilgileri incelendiğinde, katılımcıların tamamının kafein analizini HPLC kullanılarak gerçekleştirdiği, analizde çoğunlukla DAD dedektör ve C18 kolon kullanıldığı görülmektedir. 37 katılımcının 26’sının (% 70) analizde akredite olduğu bilgisi iletilmiştir. Analizde farklı katılımcılar tarafından farklı marka standartlar kullanılmakla birlikte sonuçların uyumlu olması, analizde farklı marka analitik standartlardan kaynaklanan herhangi bir olumsuzluk olmadığını göstermektedir.



## 8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İin Genel Őartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386
- 4 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.
- 5 Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical Brief No:6, Apr 2001
- 6 TÜRKAĞ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası KarĖılaĖtırma Programları Prosedürü, Rev.No:10 -16 Aralık 2019