



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Balda Kalite Parametreleri
(Nem, Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz, Serbest Asitlik,
Elektrik İletkenliği, Prolin, Diastaz Sayısı, HMF, Naftalin)
UGRL YT Raporu- KOB003
Ekim-Aralık 2020

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: KOB003-Balda Kalite Parametreleri

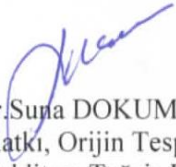
Test Materyali Gönderim Tarihi: 20/10/2020

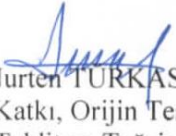
Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 18/11/2020


Rapor Yayın Tarihi: 17/12/2020


Raporu

Hazırlayan(lar):


Dr.Suna DOKUMACI
Katkı, Orijin Tespiti,
Taklit ve Tağış Böl.


Nurten TURKASLAN
Katkı, Orijin Tespiti,
Taklit ve Tağış Böl.


Ercan KOCA
Katkı, Orijin Tespiti,
Taklit ve Tağış Böl.


Fazıl DİLER
Pestisit
Bölümü

Çevrim Koordinatörü:


Dr.Özge ÇETİNKAYA AÇAR
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağış Bölümü

YT Koordinatörü:


Dr.M.Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu

Tel.: 0312 327 41 81 / 1149 (dahili)

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.: 0312 327 41 81

Faks: 0312 327 41 56

e-posta: ugrl@tarimorman.gov.tr

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

İÇİNDEKİLER

ÖZET	HATA! YER İŞARETİ TANIMLANMAMIŞ.
1. GİRİŞ	7
2. GİZLİLİK	7
3. TEST MATERYALİ	8
3.1. HAZIRLAMA.....	8
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	8
3.3. DAĞITIM	24
4. SONUÇLAR	24
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	25
5.1. ATANMIŞ DEĞER	25
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	26
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	27
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	28
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	50
7. GÖZLEMLER	65
8. REFERANSLAR	68

ŞEKİLLER

Şekil 1. Nem parametresi için z-skorları histogramı.....	39
Şekil 2. Fruktoz parametresi için z-skorları histogramı.....	40
Şekil 3. Glukoz parametresi için z'-skorları histogramı.....	41
Şekil 4. Sakaroz parametresi için z'-skorları histogramı.....	42
Şekil 5. Maltoz için çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği.....	43
Şekil 6. Serbest asitlik parametresi için z-skorları histogramı.....	44
Şekil 7. Elektrik iletkenliği parametresi için z'-skorları histogramı.....	45
Şekil 8. Prolin parametresi için z-skorları histogramı.....	46
Şekil 9. Diastaz sayısı parametresi için z'-skorları histogramı.....	47
Şekil 10. HMF parametresi için z-skorları histogramı.....	48
Şekil 11. Naftalin parametresi için z-skorları histogramı.....	49

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	6
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz).....	10
Tablo 3. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (serbest asitlik, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı, prolin, HMF, naftalin)	11
Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (nem, fruktoz)	13
Tablo 5. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (glukoz, sakaroz)	14
Tablo 6. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (maltoz, serbest asitlik).....	15
Tablo 7. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (elektrik iletkenliğ, diastaz sayısı).....	16
Tablo 8. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (prolin, HMF).....	17
Tablo 9. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (naftalin).....	18
Tablo 10. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (nem).....	19
Tablo 11. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (fruktoz).....	19
Tablo 12. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (glukoz).....	20
Tablo 13. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (sakaroz).....	20
Tablo 14. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (maltoz).....	21
Tablo 15. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (serbest asitlik).....	21
Tablo 16. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (elektrik iletkenliği).....	22
Tablo 17. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (diastaz sayısı).....	22
Tablo 18. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (prolin).....	23
Tablo 19. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (HMF).....	23
Tablo 20. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (naftalin).....	24
Tablo 21. Özet istatistik değerlendirmesi (nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz).....	29
Tablo 22. Özet istatistik değerlendirmesi (serbest asitlik, elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, HMF, naftalin).....	29
Tablo 23 . Atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması.....	30
Tablo 24. $ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	30
Tablo 25. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (nem, glukoz, fruktoz)	31
Tablo 26. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (sakaroz, maltoz, serbest asitlik)	33
Tablo 27. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı).....	35
Tablo 28. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (HMF, naftalin).....	37
Tablo 29. Katılımcı yorumları.....	50
Tablo 30. Katılımcı analiz bilgileri.....	50

ÖZET

Balda Kalite Parametreleri (Nem, Glukoz, Fruktoz, Sakaroz, Maltoz, Serbest Asitlik, Elektrik İletkenliği, Prolin, Diastaz Sayısı, HMF, Naftalin) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 45 katılımcıya, 20/10/2020 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 200 g test materyali (süzme bal) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalini analiz ederek nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz, serbest asitlik, elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, HMF, naftalin parametreleri için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan KOB003 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 45 katılımcının 44’ü (% 98) analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına² uygun olarak, test materyalinde nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, serbest asitlik, elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, HMF parametreleri için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistik yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiştir. Naftalin parametresi için ise sağlam istatistik yapılmaya uygun veri sayısı yetersiz olduğundan ($p \leq 12$), **YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ** uyarınca, atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır.
- Her bir parametre için (maltoz hariç) atanmış değer belirsizliği ($u(X_{pt})$) belirlenerek, yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) ile karşılaştırılmış ve belirsizliğin ihmal edilip edilemeyeceği değerlendirilmiştir. $u(X_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlanan nem, fruktoz, serbest asitlik, prolin, HMF ve naftalin parametreleri için belirsizlik ihmal edilmiş ve performans değerlendirmesinde atanmış değer belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir. Bu koşulun sağlanmadığı glukoz, sakaroz, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı parametreleri için ise, performans değerlendirmesinde belirsizlik performans skoru hesabına dahil edilerek z' skoru hesaplanmıştır. Maltoz parametresi için atanmış değer belirlenemediğinden performans değerlendirmesi yapılmamıştır.
- Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) değerlerinin belirlenmesinde, farklı parametreler için farklı yöntemler kullanılmıştır. Buna göre; nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz, serbest asitlik ve diastaz sayısı parametreleri için Avrupa Birliği’nde gerçekleştirilen laboratuvarlar arası çalışmalar sonucu belirlenen ve Avrupa Birliği yeterlilik testlerinde kullanılan hedef RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri esas alınmıştır. Elektrik iletkenliği parametresi için TS 13366 standardında

verilen uyarlık standart sapması değeri dikkate alınarak belirlenen hedef RSD değerine denk gelen standart sapma değeri kullanılmıştır. Prolin, HMF ve naftalin parametreleri için yeterlilik standart sapması değerleri, uygun Horwitz eşitlikleri kullanılarak hesaplanmıştır.

- Her bir katılımcı için; atanmış değer (X_{pt}), yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) ve gerekirse atanmış değer belirsizliği ($u(X_{pt})$) kullanılarak z skoru ya da z' skoru hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ya da $|z'| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir. Bununla birlikte, maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan, bu parametre için performans değerlendirmesi yapılmamış, sonuçların dağılımı bilgilendirme amaçlı olarak verilmiştir.
- KOB003 Balda Kalite Parametreleri Yeterlilik Testi çevrimindeki parametrelerden 'naftalin' parametresi TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır. Tablo 1.Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti tablosunda ‘*’ işaretli parametreler “TÜRKAK’tan akredite değil” anlamı taşımaktadır.
- **Bir önceki raporda 21 katılımcı kodlu katılımcı için “elektrik iletkenliği” parametresi sonucu sehven “serbest asitlik” parametresi sonucu olarak girilmiştir. Bildirilen sonuç her koşulda kaba hata olarak değerlendirilerek atanmış değer hesabında kullanılmadığından, sonucu yanlış girilen laboratuvar dışındaki laboratuvarların performans değerlerinde değişiklik söz konusu değildir.**
- Balda Kalite Parametreleri Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit/ Parametre	Atanmış değer (X_{pt})	Birim	$ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$
Nem*	20,03	%	30	35	86
Fruktoz*	32,71	g/100g	28	32	88
Glukoz*	27,17	g/100 g	24	32	75
Sakaroz*	2,34	g/100 g	27	33	82
Maltoz* ¹	-	g/100 g	-	-	-
Serbest asitlik*	16,4	meq/kg	32	32	100
Elektrik iletkenliği*	0,43	mS/cm	22	25	88
Prolin*	411	mg/kg	17	20	85
Diastaz sayısı*	9,6	Diastaz sayısı	16	18	89
HMF*	24,3	mg/kg	30	34	88
Naftalin	72,0	μ g/kg	8	8	100

* TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamında değildir.

¹ Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiş ve performans değerlendirmesi yapılmamıştır.

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”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 17 kg süzme bal kullanılmıştır. Bal; yapısında bulunan şekerler (özellikle sakaroz ve maltoz), HMF ve naftalin parametreleri açısından analiz edilmiş ve bu sonuçlara göre bala ilave edilecek analitlere ve miktarlara karar verilmiştir. Şeker analizinde balda sakaroz tespit edilememiş, % 0,5 oranında ise maltoz tespit edilmiştir. Buna göre, bala son konsantrasyon yaklaşık % 2,5 olacak şekilde sakaroz ve yaklaşık % 3,5 olacak şekilde de maltoz ilave edilmiştir. Balda başlangıçta 11 µg/kg seviyesinde naftalin tespit edilmiş, buna göre son konsantrasyon yaklaşık 75 µg/kg olacak şekilde naftalin ilavesi yapılmıştır. Baldaki HMF miktarının yasal limitin yarısının üzerinde olduğu tespit edildiğinden HMF ilavesine gerek görülmemiştir. Diğer parametreler balın yapısında bulunan miktarlarda bırakılmıştır. Sakaroz, maltoz ve naftalin ilavesi sonrası bal homojenizatör yardımıyla iyice karıştırılarak homojenize edilmiş ve yeterlilik test materyali hazırlanmıştır. Daha sonra hazırlanan test materyali, yeterlilik test materyali kaplarına en az 200'er gram olacak şekilde aktarılarak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C'de muhafaza edilmiştir.

3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2015 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir.

Nem analizi, refraktometrik yöntem ile, Mettler Toledo Refrakto 30 GS marka/model dijital, portatif refraktometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şeker (fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz) analizleri TS 13359 standardına göre Agilent marka HPLC-RID kullanılarak gerçekleştirilmiştir. HMF analizi IHC Harmonised Methods'a uygun şekilde Agilent marka HPLC-DAD kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Naftalin analizi Headspace-GC/MS cihazı ile naftalin-D8 internal standardı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Serbest asitlik analizinde TS 13360, prolin analizinde TS 13357 standardı kullanılmıştır. Elektrik iletkenliği analizi Mettler Toledo / SevenCompact™ Duo S213 marka/model iletkenlik ölçer kullanılarak TS 13366 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Diastaz sayısı analizinde, IHC Harmonised Methods'a uygun şekilde Phadebas Kit Metodu (Phadebas Honey Diastase Test) kullanılmıştır.

Tüm analizler için homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

UGRL YT Raporu–KOB003-Revizyon(1)

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. İstatistiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, farklı parametreler için farklı yöntemler kullanılmıştır. Buna göre; nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz, serbest asitlik ve diastaz sayısı parametreleri için Avrupa Birliği’nde gerçekleştirilen laboratuvarlar arası çalışmalar sonucu belirlenen ve Avrupa Birliği yeterlilik testlerinde kullanılan hedef RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri esas alınmıştır. Buna göre, nem parametresi için % 1,45 RSD, fruktoz ve glukoz parametreleri için % 2 RSD, sakaroz ve maltoz parametreleri için % 11 RSD, serbest asitlik parametresi için % 25 RSD ve diastaz sayısı parametresi için % 15 RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri ilgili parametreler için yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) olarak kullanılmıştır. Elektrik iletkenliği parametresi için TS 13366 standardında verilen uyarılık standart sapması değeri (% 3,57) dikkate alınmış ve hedef RSD değeri % 5 olarak kabul edilerek, bu RSD değerine denk gelen standart sapma değeri yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) olarak kullanılmıştır. Prolin, HMF ve naftalin parametreleri için yeterlilik standart sapması değerleri, uygun Horwitz eşitlikleri kullanılarak hesaplanmıştır.

Naftalin parametresi için sağlam istatistik yapılmaya uygun veri sayısı yetersiz olduğundan ($p \leq 12$), **YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ** uyarınca, atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır. Naftalin dışındaki parametrelerde homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirmeler; nem, fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri için Tablo 2’de, serbest asitlik, elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, HMF ve naftalin parametreleri için Tablo 3’te verilmektedir.

UGRL YT Raporu–KOB003-Revizyon(1)

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (nem, fruktoz, glukoz,sakaroz, maltoz)

Sıra no	Nem (%)		Fruktoz (g/100 g)		Glukoz (g/100 g)		Sakaroz (g/100 g)		Maltoz (g/100 g)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	20,17	20,24	33,30	32,78	27,54	26,82	2,35	2,13	3,76	4,06
2	20,13	20,06	32,97	33,73	27,54	28,13	2,25	1,99	3,69	3,78
3	20,12	20,35	32,46	33,16	26,88	27,33	2,14	2,21	3,92	3,81
4	20,15	20,09	32,81	33,16	27,59	27,68	2,32	2,39	3,71	3,58
5	20,11	20,10	33,30	33,25	27,56	27,39	2,35	2,17	3,96	3,64
6	20,10	20,12	33,02	33,00	28,03	26,95	2,09	2,24	3,68	3,64
7	20,14	20,05	33,14	33,13	26,86	27,37	2,31	2,15	3,77	3,96
8	20,04	20,05	33,10	33,32	27,60	27,65	2,39	1,88	3,57	3,90
9	20,04	20,04	33,11	32,99	27,85	27,94	2,67	2,31	3,43	4,02
10	19,99	20,10	33,04	33,31	26,77	27,44	2,46	2,35	3,66	3,66
11	20,01	20,06	33,31	33,24	27,84	27,36	2,12	2,13	3,53	3,39
12	20,01	20,19	33,82	33,49	27,64	28,42	2,26	2,54	3,27	3,90
Ortalama	20,10		33,16		27,51		2,26		3,72	
σ_{pt}	0,29		0,66		0,55		0,25		0,41	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,09		0,20		0,17		0,07		0,12	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,06		0,22		0,32		0,13		0,13	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,07		0,27		0,40		0,17		0,22	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,04		0,10		0,16		0,04		0,00	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER	

Tablo 3. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (serbest asitlik, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı, prolin, HMF, naftalin)

Sıra no	Serbest asitlik (meq/kg)		Elektrik iletkenliği (mS/cm)		Diastaz Sayısı (DS)		Prolin (mg/kg)		HMF (mg/kg)		Naftalin (µg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	15,7	15,6	0,43	0,43	10,5	11,2	407	410	25,7	25,6	89,4	74,5
2	15,6	15,4	0,44	0,44	10,3	10,6	399	416	25,5	25,5	72,2	75,2
3	15,4	15,2	0,44	0,43	10,6	10,9	409	406	25,3	25,2	74,8	70,6
4	15,1	15,1	0,44	0,44	10,8	10,8	403	396	25,3	25,3	67,9	67,9
5	15,3	15,4	0,44	0,44	11,1	10,7	398	396	25,1	25,6	64,1	69,6
6	15,4	15,6	0,43	0,43	11,2	11,3	400	377	25,1	25,3	68,1	69,9
7	15,6	15,1	0,43	0,43	10,9	10,6	398	408	25,1	24,8	75,9	70,2
8	15,6	15,7	0,43	0,44	10,6	10,5	384	380	25,5	25,1	74,7	69,0
9	15,4	15,6	0,44	0,44	10,9	10,3	402	375	25,2	25,1	71,7	67,8
10	15,7	15,8	0,44	0,44	10,6	10,7	393	387	25,1	25,4	69,8	73,3
11	15,7	15,4	0,44	0,44	10,2	10,5	405	400	24,9	25,3	72,2	72,9
12	15,0	15,4	0,43	0,43	11,0	10,2	384	385	25,2	25,1	71,4	74,4
Ortalama	15,4		0,44		10,7		397		25,3		72,0	
σ_{pt}	3,9		0,02		1,6		26		2,5		15,8	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	1,2		0,007		0,5		8		0,7		4,8	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,2		0,001		0,2		9		0,2		3,8	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,2		0,001		0,3		9		0,2		4,0	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,1		0,001		0,1		7		0,1		2,6	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı² 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 -20 °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 Standardı² 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. σ_{pt} değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır. ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen bu kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme nem ve fruktoz parametreleri için Tablo 4’te, glukoz ve sakaroz parametreleri için Tablo 5’te, maltoz ve serbest asitlik parametreleri için Tablo 6’da, elektrik iletkenliği ve diastaz sayısı parametreleri için Tablo 7’de, prolin ve HMF parametreleri için Tablo 8’de ve naftalin parametresi için Tablo 9’da verilmektedir.

Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (nem, fruktoz)

	Nem (%)							Fruktoz (g/100 g)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	20,04	20,05						33,11	32,99					
Hazırlama Günü	19,99	20,10	20,06	---	---	---	---	32,81	33,16	32,95	---	---	---	---
	20,01	20,19						32,46	33,16					
YTM	20,01	19,99						32,83	33,10					
Gönderimi Öncesi	20,07	20,06	19,97	0,09	0,29	0,09	GEÇER	32,66	32,64	32,76	0,18	0,66	0,20	GEÇER
	19,93	19,79						32,74	32,61					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	20,10	20,13						32,98	33,09					
	20,12	20,10	20,09	0,03	0,29	0,09	GEÇER	32,95	32,71	32,98	0,03	0,66	0,20	GEÇER
	20,06	20,06						33,27	32,88					
YT Çevrimi Ortası	19,86	20,16						32,87	33,21					
	20,16	20,14	20,09	0,03	0,29	0,09	GEÇER	33,10	32,87	33,04	0,09	0,66	0,20	GEÇER
	20,04	20,16						33,14	33,05					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	20,03	19,85						32,56	33,11					
	20,05	20,04	20,00	0,06	0,29	0,09	GEÇER	32,99	33,21	33,03	0,08	0,66	0,20	GEÇER
	20,15	19,87						33,13	33,18					

Tablo 5. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (glukoz, sakaroz)

	Glukoz (g/100 g)							Sakaroz (g/100 g)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	26,88	27,33						2,14	2,21					
Hazırlama Günü	26,86	27,37	27,24	---	---	---	---	2,12	2,13	2,14	---	---	---	---
	28,03	26,95						2,25	1,99					
YTM	27,02	27,51						2,10	2,38					
Gönderimi Öncesi	27,41	27,17	27,30	0,06	0,58	0,17	GEÇER	2,15	2,18	2,19	0,05	0,16	0,05	GEÇER
	28,01	26,65						2,24	2,07					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	27,25	27,18						2,13	2,14					
	27,28	26,81	27,24	0,01	0,58	0,17	GEÇER	2,09	2,05	2,12	0,02	0,16	0,05	GEÇER
	27,49	27,44						2,13	2,20					
YT Çevrimi Ortası	27,07	27,66						2,05	2,22					
	27,67	26,72	27,39	0,16	0,58	0,17	GEÇER	2,22	2,19	2,14	0,00	0,16	0,05	GEÇER
	27,65	27,58						2,13	2,05					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	27,36	27,72						2,29	2,12					
	26,76	27,72	27,31	0,08	0,58	0,17	GEÇER	2,03	2,24	2,14	0,00	0,16	0,05	GEÇER
	27,55	26,77						1,90	2,27					

Tablo 6. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (maltoz, serbest asitlik)

	Maltoz (g/100 g)							Serbest asitlik (meq/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	3,71	3,58						15,1	15,1					
Hazırlama Günü	3,53	3,39	3,61	---	---	---	---	15,3	15,4	15,3	---	---	---	---
	3,57	3,90						15,4	15,6					
YTM	3,81	3,81						15,7	16,2					
Gönderimi Öncesi	3,77	3,61	3,69	0,08	0,41	0,12	GEÇER	16,3	15,6	15,9	0,5	3,9	1,2	GEÇER
	3,45	3,71						16,0	15,4					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	3,55	3,48						15,8	14,6					
	3,63	3,42	3,58	0,04	0,41	0,12	GEÇER	15,6	15,8	15,5	0,2	3,9	1,2	GEÇER
	3,71	3,66						15,3	15,8					
YT Çevrimi Ortası	3,33	3,55						15,8	16,0					
	3,48	3,67	3,54	0,07	0,41	0,12	GEÇER	16,0	15,7	15,7	0,4	3,9	1,2	GEÇER
	3,59	3,63						15,1	15,8					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	3,68	3,78						15,6	15,4					
	3,74	3,66	3,72	0,10	0,41	0,12	GEÇER	15,5	15,6	15,5	0,2	3,9	1,2	GEÇER
	3,67	3,76						15,6	15,5					

Tablo 7. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (elektrik iletkenliği, diastaz sayısı)

	Elektrik iletkenliği (mS/cm)							Diastaz sayısı (DS)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,43	0,44						10,3	10,6					
Hazırlama Günü	0,44	0,43	0,44	---	---	---	---	10,3	10,6	10,4	---	---	---	---
	0,43	0,44						10,2	10,5					
YTM	0,44	0,44						10,6	10,6					
Gönderimi Öncesi	0,44	0,44	0,44	0,01	0,02	0,01	GEÇER	10,0	10,2	10,3	0,1	1,6	0,5	GEÇER
	0,44	0,44						10,5	9,9					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,43	0,44						10,8	11,0					
	0,44	0,43	0,43	0,00	0,02	0,01	GEÇER	10,5	10,4	10,5	0,1	1,6	0,5	GEÇER
	0,43	0,43						10,0	10,3					
YT Çevrimi Ortası	0,43	0,44						10,7	10,3					
	0,44	0,44	0,44	0,00	0,02	0,01	GEÇER	9,8	9,7	10,2	0,2	1,6	0,5	GEÇER
	0,44	0,44						10,4	10,3					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,43	0,44						10,5	9,7					
	0,43	0,44	0,43	0,00	0,02	0,01	GEÇER	10,2	10,6	10,1	0,3	1,6	0,5	GEÇER
	0,43	0,43						10,0	9,8					

Tablo 8. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (prolin, HMF)

	Prolin (mg/kg)							HMF (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	398	408						25,2	25,1					
Hazırlama Günü	399	416	400	---	---	---	---	24,9	25,3	25,1	---	---	---	---
	393	387						25,1	24,8					
YTM	406	426						24,7	25,6					
Gönderimi Öncesi	374	393	401	1	59	18	GEÇER	25,0	25,2	25,0	0,0	2,5	0,7	GEÇER
	414	394						24,9	25,0					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	396	380						24,2	24,6					
	400	374	383	17	59	18	GEÇER	25,6	25,1	24,7	0,4	2,5	0,7	GEÇER
	375	374						24,2	24,4					
YT Çevrimi Ortası	387	374						24,6	24,4					
	418	407	394	6	59	18	GEÇER	24,1	24,7	24,6	0,4	2,5	0,7	GEÇER
	388	390						24,9	25,0					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	407	390						24,5	24,4					
	382	406	395	5	59	18	GEÇER	24,9	24,6	24,7	0,4	2,5	0,7	GEÇER
	393	395						25,0	24,6					

Tablo 9. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528) (naftalin)

	Naftalin (µg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM Hazırlama Günü	74,8	70,6					
	67,9	67,9	69,1	---	---	---	---
	64,1	69,6					
YTM Gönderimi Öncesi	72,6	67,7					
	64,8	63,5	64,8	4,4	15,8	4,7	GEÇER
	60,1	59,9					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	70,0	68,0					
	62,0	69,5	67,4	1,7	15,8	4,7	GEÇER
	66,9	68,1					
YT Çevrimi Ortası	79,2	66,2					
	69,7	68,0	69,8	0,6	15,8	4,7	GEÇER
	69,1	66,3					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	67,6	65,3					
	61,6	65,2	64,8	4,4	15,8	4,7	GEÇER
	66,0	62,8					

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

H_0 : Parametre değeri bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

H_1 : En az iki örneğin, parametre değeri bakımından aralarındaki fark tesadüften ileri gelmemektedir.

Varyans analizi sonuçları incelendiğinde, tüm parametreler için F değerlerinin F_{kritik} değerlerinden küçük olduğu görülmüştür, dolayısıyla H_0 hipotezi kabul edilir. Parametre değerleri bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark sıfır kabul edilebilir.

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

Kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları nem parametresi için Tablo 10'da, fruktoz parametresi için Tablo 11'de, glukoz parametresi için Tablo 12'de, sakaroz parametresi için Tablo 13'te, maltoz parametresi için Tablo 14'te, serbest asitlik parametresi için Tablo 15'te, elektrik iletkenliği parametresi için Tablo 16'da, diastaz sayısı parametresi için Tablo 17'de, prolin parametresi için Tablo 18'de, HMF parametresi için Tablo 19'da ve naftalin parametresi için Tablo 20'de verilmektedir.

Tablo 10. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (nem)

Nem (%)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	20,04	20,01	20,10	19,86	20,03	
	20,05	19,99	20,13	20,16	19,85	
	19,99	20,07	20,12	20,16	20,05	
	20,10	20,06	20,10	20,14	20,04	
	20,01	19,93	20,06	20,04	20,15	
	20,19	19,79	20,06	20,16	19,87	
Toplam	120,36	119,85	120,56	120,51	119,98	
Ortalama	20,06	19,97	20,09	20,09	20,00	20,04
Varyans	0,005	0,011	0,001	0,015	0,014	0,045

Cochran's test 0,3265
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	0,068219	4	0,017054739	1,898918688	0,14198496	2,7587
Grup içi	0,22453224	25	0,00898129			
Toplam	0,292751195	29				
<i>F < F kritik ?</i>	GEÇER					

Tablo 11. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (fruktoz)

Fruktoz (g/100 g)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	33,11	32,83	32,98	32,87	32,56	
	32,99	33,10	33,09	33,21	33,11	
	32,81	32,66	32,95	33,10	32,99	
	33,16	32,64	32,71	32,87	33,21	
	32,46	32,74	33,27	33,14	33,13	
	33,16	32,61	32,88	33,05	33,18	
Toplam	197,69	196,58	197,88	198,24	198,18	
Ortalama	32,95	32,76	32,98	33,04	33,03	32,95
Varyans	0,075	0,034	0,036	0,020	0,059	0,223

Cochran's test 0,3358
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	0,301320	4	0,07533	1,685964101	0,18469698	2,7587
Grup içi	1,117016667	25	0,044680667			
Toplam	1,418336667	29				
<i>F < F kritik ?</i>	GEÇER					

Tablo 12. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (glukoz)

Glukoz (g/100 g)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	26,88	27,02	27,25	27,07	27,36	
	27,33	27,51	27,18	27,66	27,72	
	26,86	27,41	27,28	27,67	26,76	
	27,37	27,17	26,81	26,72	27,72	
	28,03	28,01	27,49	27,65	27,55	
	26,95	26,65	27,44	27,58	26,77	
Toplam	163,42	163,77	163,45	164,35	163,88	
Ortalama	27,24	27,30	27,24	27,39	27,31	27,30
Varyans	0,20	0,22	0,06	0,16	0,20	0,83

Cochran's test 0,2582
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	0,095553	4	0,023888333	0,143065044	0,96439182	2,7587
Grup içi	4,174383333	25	0,166975333			
Toplam	4,269936667	29				
<i>F < F kritik ?</i>	GEÇER					

Tablo 13. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (sakaroz)

Sakaroz (g/100 g)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	2,14	2,10	2,13	2,05	2,29	
	2,21	2,38	2,14	2,22	2,12	
	2,12	2,15	2,09	2,22	2,03	
	2,13	2,18	2,05	2,19	2,24	
	2,25	2,24	2,13	2,13	1,90	
	1,99	2,07	2,20	2,05	2,27	
Toplam	12,84	13,12	12,74	12,86	12,85	
Ortalama	2,14	2,19	2,12	2,14	2,14	2,15
Varyans	0,008	0,013	0,003	0,006	0,024	0,053

Cochran's test 0,4484
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	0,013347	4	0,003336667	0,313027707	0,86652935	2,7587
Grup içi	0,266483333	25	0,010659333			
Toplam	0,27983	29				
<i>F < F kritik ?</i>	GEÇER					

Tablo 14. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (maltoz)

Maltoz (g/100 g)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	3,71	3,81	3,55	3,33	3,68	
	3,58	3,81	3,48	3,55	3,78	
	3,53	3,77	3,63	3,48	3,74	
	3,39	3,61	3,42	3,67	3,66	
	3,57	3,45	3,71	3,59	3,67	
	3,90	3,71	3,66	3,63	3,76	
Toplam	21,68	22,16	21,45	21,25	22,29	
Ortalama	3,61	3,69	3,58	3,54	3,72	3,63
Varyans	0,03	0,02	0,01	0,02	0,00	0,08

Cochran's test 0,3770
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	0,133887	4	0,033471667	2,084423133	0,11300792	2,7587
Grup içi	0,40145	25	0,016058			
Toplam	0,535336667	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 15. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (serbest asitlik)

Serbest asitlik (meq/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	15,1	15,7	15,8	15,8	15,6	
	15,1	16,2	14,6	16,0	15,4	
	15,3	16,3	15,6	16,0	15,5	
	15,4	15,6	15,8	15,7	15,6	
	15,4	16,0	15,3	15,1	15,6	
	15,6	15,4	15,8	15,8	15,5	
Toplam	91,9	95,2	92,8	94,4	93,2	
Ortalama	15,3	15,9	15,5	15,7	15,5	15,6
Varyans	0,04	0,13	0,23	0,11	0,01	0,51

Cochran's test 0,4456
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	1,112798	4	0,278199477	2,721640629	0,05225395	2,7587
Grup içi	2,555439117	25	0,102217565			
Toplam	3,668237025	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 16. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (elektrik iletkenliği)

Elektrik iletkenliği (mS/cm)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,43	0,44	0,43	0,43	0,43	
	0,44	0,44	0,44	0,44	0,44	
	0,44	0,44	0,44	0,44	0,43	
	0,43	0,44	0,43	0,44	0,44	
	0,43	0,44	0,43	0,44	0,43	
	0,44	0,44	0,43	0,44	0,43	
Toplam	2,61	2,64	2,60	2,63	2,60	
Ortalama	0,44	0,44	0,43	0,44	0,43	0,44
Varyans	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000

Cochran's test 0,3000
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	0,000220	4	5,5E-05	2,75	0,05052029	2,7587
Grup içi	0,0005	25	0,00002			
Toplam	0,00072	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 17. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (diastaz sayısı)

Diastaz sayısı (DS)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	10,3	10,6	10,8	10,7	10,5	
	10,6	10,6	11,0	10,3	9,7	
	10,3	10,0	10,5	9,8	10,2	
	10,6	10,2	10,4	9,7	10,6	
	10,2	10,5	10,0	10,4	10,0	
	10,5	9,9	10,3	10,3	9,8	
Toplam	62,5	61,7	63,0	61,2	60,8	
Ortalama	10,4	10,3	10,5	10,2	10,1	10,3
Varyans	0,03	0,10	0,14	0,14	0,14	0,54

Cochran's test 0,2660
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	0,519186	4	0,129796422	1,191768486	0,33879221	2,7587
Grup içi	2,72276922	25	0,108910769			
Toplam	3,241954908	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 18. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (prolin)

Prolin (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	398	406	396	387	406,64	
	408	426	380	374	390,09	
	399	374	400	418	382,21	
	416	393	374	407	405,67	
	393	414	375	388	393,30	
	387	394	374	390	394,51	
Toplam	2400	2406	2299	2364	2372	
Ortalama	400	401	383	394	395	395
Varyans	110,7	335,3	137,1	249,1	87,8	920,0

Cochran's test 0,3644
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	1223,809615	4	305,9524037	1,662787719	0,19006312	2,7587
Grup içi	4599,991931	25	183,9996772			
Toplam	5823,801546	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 19. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (HMF)

HMF (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	25,2	24,7	24,2	24,6	24,5	
	25,1	25,6	24,6	24,4	24,4	
	24,9	25,0	25,6	24,1	24,9	
	25,3	25,2	25,1	24,7	24,6	
	25,1	24,9	24,2	24,9	25,0	
	24,8	25,0	24,4	25,0	24,6	
Toplam	150,4	150,2	148,0	147,8	147,9	
Ortalama	25,1	25,0	24,7	24,6	24,7	24,8
Varyans	0,04	0,10	0,31	0,11	0,06	0,61

Cochran's test 0,5003
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	1,148813	4	0,287203333	2,346828713	0,08202409	2,7587
Grup içi	3,059483333	25	0,122379333			
Toplam	4,208296667	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 20. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (naftalin)

Naftalin ($\mu\text{g}/\text{kg}$)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	74,8	72,6	70,0	79,2	67,6	
	70,6	67,7	68,0	66,2	65,3	
	67,9	64,8	62,0	69,7	61,6	
	67,9	63,5	69,5	68,0	65,2	
	64,1	60,1	66,9	69,1	66,0	
	69,6	59,9	68,1	66,3	62,8	
Toplam	414,8	388,6	404,5	418,6	388,5	
Ortalama	69,1	64,8	67,4	69,8	64,8	67,2
Varyans	12,62	23,25	8,25	23,41	4,84	72,38

Cochran's test 0,3235
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	133,255280	4	33,31382	2,30138597	0,08668301	2,7587
Grup içi	361,8886667	25	14,47554667			
Toplam	495,1439467	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyalleri (süzme bal), 45 katılımcı laboratuvara 20/10/2020 tarihinde eş zamanlı olarak kargo yolu ile buz aküleri içerisinde dondurulmuş halde gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen **‘KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU’** aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir. Katılımcılara test materyallerini analize alana kadar ve analiz sonrasında -20 °C’de muhafaza etmeleri bildirilmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki KOB003 kodlu çevrime özgü **‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’**nu kullanarak, nem, glukoz, fruktoz, sakaroz, maltoz, serbest asitlik, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı, HMF, prolin ve naftalin parametreleri için miktarsal sonuç bildirmeleri istenmiştir. Elektronik ortamda doldurulan sonuç bildirim formunun, 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 18/11/2020 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 45 laboratuvarın 44’ü (% 98) analiz sonucu bildirmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Her bir parametre için 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, maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçların çoklu mod oluşturduğu, belirsizliğin çok yüksek olduğu ve bu parametre için atanmış değer belirlenemeyeceği görülmüştür. Naftalin parametresi için sağlam istatistik yapılmaya uygun veri sayısının ($p=8$) yetersiz olduğu ($p \leq 12$) ve bu parametre için atanmış değer belirlenmesinde katılımcı sonuçları üzerinden hesaplanan sağlam (robust) ortalama değerinin kullanılmayacağı görülmüştür. Diğer parametreler için tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Nem, glukoz, fruktoz, sakaroz, serbest asitlik, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı, HMF ve prolin parametreleri için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Katılımcı sonuçları içerisinde aykırı değer oranının düşük olması sebebiyle Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.³

Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiştir.

Naftalin parametresi için sağlam istatistik yapılmaya uygun veri sayısı yetersiz olduğundan ($p \leq 12$), **YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ** uyarınca, atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır. Bu parametre için sağlam standart sapma hesaplanmamıştır.

Naftalin parametresi hariç tüm parametreler için 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

Naftalin parametresi için atanmış değer belirsizliği $u(X_{pt})$ değeri olarak, homojenlik testi verilerinden hesaplanan örnek-içi standart sapma değeri (s_w) kullanılmıştır.

Her bir parametre için atanmış değerin belirsizliği $u(X_{pt})$, yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) ile karşılaştırılarak belirsizliğin ihmal edilip edilemeyeceği değerlendirilmiştir. $u(X_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlanan parametreler için belirsizlik ihmal edilmiş ve performans değerlendirmesinde atanmış değerin belirsizliği, performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir. Bu koşulun sağlanmadığı parametreler için ise, performans değerlendirmesinde belirsizlik performans skoru hesabına dahil edilerek z' skoru hesaplanmıştır.

Buna göre; nem, fruktoz, serbest asitlik, prolin, HMF ve naftalin parametreleri için atanmış değerin belirsizliğinin ihmal edilebilecek kadar küçük olduğu tespit edilmiş ve bu parametreler için z skoru hesaplanmış; glukoz, sakaroz, elektrik iletkenliği, diastaz sayısı parametreleri için ise atanmış değerin belirsizliğinin ihmal edilemeyecek kadar yüksek olduğu görülmüş ve bu parametreler için belirsizlik performans skoru hesabına dahil edilerek z' skoru hesaplanmıştır (Bkz. Bölüm 5.3).

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, farklı parametreler için farklı yöntemler kullanılmıştır. Buna göre; nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, serbest asitlik ve diastaz sayısı parametreleri için Avrupa Birliği'nde gerçekleştirilen laboratuvarlar arası çalışmalar sonucu belirlenen ve Avrupa Birliği yeterlilik testlerinde kullanılan hedef RSD (relatif standart sapma) değerlerine denk gelen standart sapma değerleri esas alınmıştır. Buna göre, nem parametresi için % 1,45 RSD, fruktoz ve glukoz parametreleri için % 2 RSD, sakaroz parametresi için % 11 RSD, serbest asitlik parametresi için % 25 RSD ve diastaz sayısı parametresi için % 15 RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri ilgili parametreler için yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) olarak kullanılmıştır. Elektrik iletkenliği parametresi için TS 13366 standardında verilen uyarlık standart sapması değeri (% 3,57) dikkate alınmış ve hedef RSD değeri % 5 olarak kabul edilerek, bu RSD değerine denk gelen standart sapma değeri yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) olarak kullanılmıştır. Hedef RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerlerinin hesaplanmasında aşağıda belirtilen formül kullanılmıştır:

$$\sigma_{pt} = RSD_{hedef} X_{pt}$$

X_{pt} : Atanmış değer

Prolin, HMF ve naftalin parametreleri için yeterlilik standart sapması değerleri, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. Buna göre prolin ve HMF parametreleri için;

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

eşitliği, naftalin parametresi için ise;

$$\sigma_{pt} = 0,22c / mr$$

eşitliği kullanılmıştır. Burada:

c: Analit konsantrasyonu (Atanmış değer (X_{pt})) (boyutsuz kütle oranı şeklinde ifade edilir.
Örneğin 25 ppm= 25×10^{-6})

mr: Boyutsuz kütle oranı (Örn: ppm= 10^{-6})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı² ile uyumlu olarak z-skoru ya da z' skoru cinsinden ifade edilmiştir. Atanmış değer belirsizliğinin ($u(X_{pt})$), yeterlilik standart sapmasına (σ_{pt}) oranla ihmal edilecek kadar küçük olduğu ($u(X_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$) tespit edilen nem, fruktoz, serbest asitlik, prolin, HMF ve naftalin parametreleri için z skoru aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

X_i : Katılımcı sonucu

X_{pt} : Atanmış değer

σ_{pt} : Yeterlilik standart sapması

Atanmış değer belirsizliğinin ($u(X_{pt})$), yeterlilik testi standart sapmasına (σ_{pt}) oranla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu ($u(X_{pt}) > 0,3\sigma_{pt}$) tespit edilen glukoz, sakaroz, elektrik iletkenliği ve diastaz sayısı parametreleri için aşağıdaki formüle göre atanmış değer belirsizliğini de içeren z' skoru hesaplanmıştır.

$$z' = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sqrt{[\sigma_{pt}^2 + u^2(X_{pt})]}}$$

X_i : Katılımcı sonucu

X_{pt} : Atanmış değer

σ_{pt} : Yeterlilik standart sapması

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

z-skoru ya da z' skoru , yeterlilik testi standart sapması ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır:

$|z| \leq 2$ ya da $|z'| \leq 2$ Uygun

$|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ Uygun Değil

Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod verdiği için ve belirsizlik çok yüksek olduğundan, bu parametre için atanmış değer belirlenememiş, dolayısıyla

performans deęerlendirmesi yapılamamıştır. Sonuların daęılımını bilgilendirme amalı olarak Őekil 5'te verilmektedir.

5.4. KATILIMCI SONULARI VE Z-SKORLARI

Nem, fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri iin zet istatistik deęerlendirmesi Tablo 21'de, serbest asitlik, elektrik iletkenlięi, prolin, diastaz sayısı, HMF ve naftalin parametreleri iin zet istatistik deęerlendirmesi Tablo 22'de verilmektedir.

Tm parametreler iin atanmıř deęer, atanmıř deęerin belirsizlięi ve yeterlilik standart sapması deęerleri Tablo 23'te, $|z| \leq 2$ ya da $|z'| \leq 2$ aralıęında yer alan skorların sayısı ve yzdesi Tablo 24'te verilmektedir.

Katılımcıların '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONU BİLDİRİM FORMU**' aracılıęı ile bildirdikleri sonular, z-skorları ile birlikte nem, fruktoz, glukoz, parametreleri iin Tablo 25'te; sakaroz, maltoz ve serbest asitlik parametreleri iin Tablo 26'da, elektrik iletkenlięi, prolin, diastaz sayısı parametreleri iin Tablo 27'de, HMF ve naftalin parametreleri iin Tablo 28'de zetlenmektedir. Maltoz parametresi iin performans deęerlendirmesi yapılmadıęından ilgili tabloda bu parametre iin sadece katılımcı sonuları verilmiřtir.

z-skorları histogramları nem parametresi iin Őekil 1'de, fruktoz parametresi iin Őekil 2'de, glukoz parametresi iin Őekil 3'te, sakaroz parametresi iin Őekil 4'te, serbest asitlik parametresi iin Őekil 6'da, elektrik iletkenlięi parametresi iin Őekil 7'de, prolin parametresi iin Őekil 8'de, diastaz sayısı parametresi iin Őekil 9'da, HMF parametresi iin Őekil 10'da, naftalin parametresi iin Őekil 11'de verilmektedir. Maltoz parametresi iin performans deęerlendirmesi yapılmadıęından, bu parametre iin bilgilendirme amalı olarak katılımcı sonularının daęılımını gsteren ekirdek yoęunluk kestirimi grafięi Őekil 5'te verilmektedir.

Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 29'da verilmektedir.

Tablo 21. Özet istatistik değerlendirmesi (nem, fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz)

	Nem (%)	Fruktoz (g/100 g)	Glukoz (g/100 g)	Sakaroz (g/100 g)	Maltoz* (g/100 g)
Sonuç sayısı	35	32	32	33	22
Sonuç aralığı	16-21,85	29,48-36,01	23,02-34,09	1,12-3,06	1,44-5,95
Sonuçların ortancası	20,10	32,67	26,92	2,45	4,00
Sonuçların ortalaması	19,86	32,76	27,45	2,33	3,92
Atanmış değer	20,03	32,71	27,17	2,34	-
Sağlam standart sapma	0,27	0,69	1,08	0,45	-
z ≤ 2 ya da z' ≤ 2 sonuç sayısı	30	28	24	27	-
z > 2 ya da z' > 2 sonuç sayısı	5	4	8	6	-

* Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiş ve performans değerlendirmesi yapılmamıştır. Özet istatistik bilgilendirme amaçlı verilmektedir.

Tablo 22. Özet istatistik değerlendirmesi (serbest asitlik, elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, HMF ve naftalin)

	Serbest asitlik (meq/kg)	Elektrik iletkenliği (mS/cm)	Prolin (mg/kg)	Diastaz sayısı (DS)	HMF (mg/kg)	Naftalin (µg/kg)
Sonuç sayısı	32	25	20	18	34	8
Sonuç aralığı	13,9-21,6	0,0059-0,64	113,15-472	8-14,3	19,015-36,9	44-67
Sonuçların ortancası	16,5	0,43	412	8,9	24,2	51,0
Sonuçların ortalaması	16,6	0,43	398	9,8	24,7	54,7
Atanmış değer	16,4	0,43	411	9,6	24,3	72,0
Sağlam standart sapma	1,8	0,03	24	1,6	2,9	-
z ≤ 2 ya da z' ≤ 2 sonuç sayısı	32	22	17	16	30	8
z > 2 ya da z' > 2 sonuç sayısı	0	3	3	2	4	0

Tablo 23. Atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması

Analit/ Parametre	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (X_{pt})	Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt})	Birim
Nem	35	20,03	0,06	0,29	%
Fruktoz	32	32,71	0,15	0,65	g/100g
Glukoz	32	27,17	0,24	0,54	g/100 g
Sakaroza	33	2,34	0,10	0,26	g/100 g
Maltoz*	22	-	-	-	g/100 g
Serbest asitlik	32	16,4	0,4	4,1	meq/kg
Elektrik iletkenliği	24	0,43	0,007	0,02	mS/cm
Prolin	20	411	7	27	mg/kg
Diastaz sayısı	18	9,6	0,5	1,4	Diastaz sayısı
HMF	34	24,3	0,6	2,4	mg/kg
Naftalin	8	72,0	3,99	15,8	μ g/kg

*Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiştir.

Tablo 24. $|z| \leq 2$ ya da $|z'| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit/ Parametre	Atanmış değer (X_{pt})	Birim	$ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$
Nem	20,03	%	30	35	86
Fruktoz	32,71	g/100g	28	32	88
Glukoz	27,17	g/100 g	24	32	75
Sakaroza	2,34	g/100 g	27	33	82
Maltoz*	-	g/100 g	-	-	-
Serbest asitlik	16,4	meq/kg	32	32	100
Elektrik iletkenliği	0,43	mS/cm	22	25	88
Prolin	411	mg/kg	17	20	85
Diastaz sayısı	9,6	Diastaz sayısı	16	18	89
HMF	24,3	mg/kg	30	34	88
Naftalin	72,0	μ g/kg	8	8	100

* Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiş ve performans değerlendirmesi yapılmamıştır.

UGRL YT Raporu–KOB003-Revizyon(1)

Tablo 25. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (nem, fruktoz, glukoz) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Nem			Fruktoz				Glukoz			
	Atanmış Değer	20,03 %		Atanmış Değer	32,71 g/100 g			Atanmış Değer	27,17 g/100g		
	Sonuç (%)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z'-skoru
01	20	Refraktometre	-0,1	32,94	HPLC-RID	0,2	0,3	26,89	HPLC-RID	0,2	-0,5
02	21,85	Refraktometre	6,3	32,21	HPLC-RID	0,1	-0,8	30,02	HPLC-RID	0,2	4,8
03	Analiz edilmedi			33,31	HPLC-RID	0,05	0,9	27,78	HPLC-RID	0,05	1,0
04	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
05	20,2	Refraktometre	0,6	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
06	Analiz edilmedi			32,69	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,0	26,93	HPLC-RID	Bildirilmedi	-0,4
07	20,2	Refraktometre	0,6	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
08	20	Refraktometre	-0,1	32,89	HPLC-RID	-	0,3	27,24	HPLC-RID	-	0,1
09	Analiz edilmedi			32,5	HPLC-RID	4,21	-0,3	27,2	HPLC-RID	4,43	0,1
10	19,4	Refraktometre	-2,2	32	HPLC-RID	3,7	-1,1	26,3	HPLC-RID	4,5	-1,5
11	Analiz edilmedi			32,64	HPLC-RID	0,67	-0,1	27,5	HPLC-RID	0,74	0,6
12	20,2	Refraktometre	0,6	32,5	HPLC-RID	Diğer	-0,3	26,9	HPLC-RID	1	-0,4
13	16	Refraktometre	-13,9	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
14	17,6	Refraktometre	-8,4	31,37	HPLC-RID	0,27	-2,1	26,34	HPLC-RID	0,2	-1,4
15	19,7	Refraktometre	-1,1	32,6	HPLC-RID	0,8	-0,2	26,49	HPLC-RID	0,82	-1,1
16	20,1	Refraktometre	0,3	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
17	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
18	20,1	Refraktometre	0,3	32,64	HPLC-RID	Bildirilmedi	-0,1	26,71	HPLC-RID	Bildirilmedi	-0,8
19	20,19	Refraktometre	0,6	33,59	HPLC-RID	0,99	1,3	28,07	HPLC-RID	0,94	1,5
20	20,3	Refraktometre	0,9	32,84	HPLC-RID	0,13	0,2	26,91	HPLC-RID	0,22	-0,4
21	20,38	Refraktometre	1,2	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
22	20,2	Refraktometre	0,6	32,5	HPLC-RID	-	-0,3	26,9	HPLC-RID	-	-0,4
23	Analiz edilmedi			32,52	HPLC-RID	1,4	-0,3	26,2	HPLC-RID	1,72	-1,6
24	20	Refraktometre	-0,1	33,06	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,5	27,398	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,4
25	Analiz edilmedi			36,01	HPLC-RID	0,51	5,0	30,61	HPLC-RID	0,61	5,8

UGRL YT Raporu–KOB003-Revizyon(1)

Tablo 25 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (nem, fruktoz, glukoz) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Nem			Fruktoz				Glukoz			
	Atanmış Değer		20,03 %	Atanmış Değer		32,71 g/100 g		Atanmış Değer		27,17 g/100g	
	Sonuç (%)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z'-skoru
26	20,2	Refraktometre	0,6	33,01	Bildirilmedi	0,23	0,5	30,67	Bildirilmedi	0,08	5,9
27	20,1	Refraktometre	0,3	32,48	HPLC-RID	0,19	-0,4	26,75	HPLC-RID	0,07	-0,7
28	19,9	Refraktometre	-0,4	33,6	Bildirilmedi	2	1,4	26,83	Bildirilmedi	2	-0,6
29	19,8	Refraktometre	-0,8	31,6	HPLC-RID	0,2	-1,7	24,7	HPLC-RID	0,61	-4,2
30	20,2	Refraktometre	0,6	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
31	19,8	Refraktometre	-0,8	35,67	HPLC-RID	-	4,5	31,08	HPLC-RID	-	6,6
32	19,8	Refraktometre	-0,8	33,48	HPLC-RID	-	1,2	34,09	HPLC-RID	-	11,7
33	19,8	Refraktometre	-0,8	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
34	20,2	Refraktometre	0,6	32,86	HPLC-RID	1	0,2	27,1	HPLC-RID	1	-0,1
35	19,98	Refraktometre	-0,2	33,48	HPLC-RID	5,67	1,2	28,14	HPLC-RID	5,48	1,6
36	18,2	Refraktometre	-6,3	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
37	20,2	Refraktometre	0,6	32	HPLC-RID	0,68	-1,1	28	HPLC-RID	0,49	1,4
38	19,8	Refraktometre	-0,8	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
39	20,2	Refraktometre	0,6	33,2	HPLC-RID	2,5	0,7	26,7	HPLC-RID	2,8	-0,8
40	20,2	Refraktometre	0,6	29,48	Bildirilmedi	7,2	-4,9	23,02	Bildirilmedi	8,1	-7,0
41	19,8	Refraktometre	-0,8	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
42	Analiz edilmedi			32,06	Bildirilmedi	-	-1,0	25,46	Bildirilmedi	-	-2,9
43	Sonuç bildirmedi			Sonuç bildirmedi				Sonuç bildirmedi			
44	20,4	Refraktometre	1,3	32,7	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,0	27,3	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,2
45	20	Refraktometre	-0,1	31,93	HPLC-RID	Bildirilmedi	-1,2	26,21	HPLC-RID	Bildirilmedi	-1,6

UGRL YT Raporu–KOB003-Revizyon(1)

Tablo 26. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (sakaroz, maltoz, serbest asitlik) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Sakaroz				Maltoz				Serbest asitlik		
	Atanmış Değer		2,34 g/100g		Atanmış Değer		-		Atanmış Değer		16,4 meq/kg
	Sonuç (%)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z'-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru
01	2,67	HPLC-RID	0,2	1,2	5	HPLC-RID	0,2		14,7	Titrimetrik	-0,4
02	1,93	HPLC-RID	0,14	-1,5	2,08	HPLC-RID	0,22		18	Titrimetrik	0,4
03	2,66	HPLC-RID	0,03	1,2	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
04	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
05	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				17,5	Titrimetrik	0,3
06	1,75	HPLC-RID	Bildirilmedi	-2,1	Analiz edilmedi				16,01	Bildirilmedi	-0,1
07	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				17	Titrimetrik	0,1
08	2,46	HPLC-RID	-	0,4	4,9	HPLC-RID	-		16,68	Titrimetrik	0,1
09	1,72	HPLC-RID	0,81	-2,3	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
10	2,45	HPLC-RID	0,7	0,4	Analiz edilmedi				15,4	Titrimetrik	-0,3
11	2,38	HPLC-RID	0,31	0,1	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
12	1,8	HPLC-RID	1	-2,0	3,8	HPLC-RID	1		17	Titrimetrik	0,1
13	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				16,86	Titrimetrik	0,1
14	1,87	HPLC-RID	0,3	-1,7	2,94	HPLC-RID	0,5		Analiz edilmedi		
15	2,38	HPLC-RID	0,27	0,1	2,63	HPLC-RID	0,25		13,9	Titrimetrik	-0,6
16	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
17	2,52	HPLC-RID	0,36	0,6	Analiz edilmedi				19,39	Titrimetrik	0,7
18	2,54	HPLC-RID	Bildirilmedi	0,7	Analiz edilmedi				16,41	Titrimetrik	0,0
19	1,63	HPLC-RID	0,66	-2,6	2,44	HPLC-RID	0,93		14,53	Titrimetrik	-0,5
20	2,59	HPLC-RID	0,04	0,9	1,44	HPLC-RID	0,31		Analiz edilmedi		
21	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
22	1,9	HPLC-RID	0,5	-1,6	4	HPLC-RID	0,5		17	Titrimetrik	0,1
23	2,5	HPLC-RID	0,21	0,6	3	HPLC-RID	0,28		15	Titrimetrik	-0,3
24	2,28	HPLC-RID	Bildirilmedi	-0,2	4,98	HPLC-RID	Bildirilmedi		Analiz edilmedi		
25	1,12	HPLC-RID	0,27	-4,4	Analiz edilmedi				21,21	Titrimetrik	1,2

Tablo 26 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (sakaroz, maltoz, serbest asitlik) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Sakaroz				Maltoz				Serbest asitlik		
	Atanmış Değer		2,34 g/100g		Atanmış Değer		-		Atanmış Değer		16,4 meq/kg
	Sonuç (%)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z'-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (g/100g)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru
26	2,67	Bildirilmedi	0,37	1,2	1,76	Bildirilmedi	0,19		15,27	Titrimetrik	-0,3
27	2,78	HPLC-RID	0,12	1,6	5,4	HPLC-RID	0,11		15,54	Titrimetrik	-0,2
28	2,3	Bildirilmedi	2	-0,2	Analiz edilmedi				16,82	Bildirilmedi	0,1
29	2,8	HPLC-RID	0,27	1,7	4	HPLC-RID	0,53		14,9	Titrimetrik	-0,4
30	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
31	2,3	HPLC-RID	-	-0,2	5,95	HPLC-RID	-		14,6	Titrimetrik	-0,4
32	2,02	HPLC-RID	-	-1,2	5,42	HPLC-RID	-		14,7	Titrimetrik	-0,4
33	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				14,7	Bildirilmedi	-0,4
34	3	HPLC-RID	1	2,4	5,38	HPLC-RID	1		15,5	Titrimetrik	-0,2
35	3,06	HPLC-RID	1,08	2,6	Analiz edilmedi				17,8	Titrimetrik	0,3
36	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				17,1	Titrimetrik	0,2
37	2,65	HPLC-RID	0,32	1,1	Analiz edilmedi				15,5	Titrimetrik	-0,2
38	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				Analiz edilmedi		
39	2,6	HPLC-RID	2	0,9	5,3	HPLC-RID	2		17	Titrimetrik	0,1
40	2,66	Bildirilmedi	0,8	1,2	2,71	Bildirilmedi	1,2		19,2	Titrimetrik	0,7
41	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi				15,18	Titrimetrik	-0,3
42	2,15	Bildirilmedi	-	-0,7	3,33	Bildirilmedi	-		Analiz edilmedi		
43	Sonuç bildirmedi				Sonuç bildirmedi				Sonuç bildirmedi		
44	2,7	HPLC-RID	Bildirilmedi	1,3	4,6	HPLC-RID	Bildirilmedi		21,6	Diğer	1,3
45	1,9	HPLC-RID	Bildirilmedi	-1,6	5,07	HPLC-RID	Bildirilmedi		19,23	Titrimetrik	0,7

Tablo 27. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Elektrik iletkenliği		Prolin			Diastaz sayısı		
	Atanmış Değer	0,43 mS/cm	Atanmış Değer	411 mg/kg		Atanmış Değer	9,6 DS	
	Sonuç (mS/cm)	z'-skoru	Sonuç (mg/kg)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru	Sonuç (DS)	Kullanılan cihaz/teknik	z'-skoru
01	0,451	1,1	Analiz edilmedi			11,51	Phadebas	1,2
02	0,415	-0,5	Analiz edilmedi			10,25	Phadebas	0,4
03	Analiz edilmedi		414	Spektrofotometre	0,1	8,84	Phadebas	-0,5
04	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
05	0,42	-0,3	385,5	Spektrofotometre	-1,0	14,3	Phadebas	3,1
06	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
07	0,42	-0,3	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
08	0,45	1,1	422,49	Spektrofotometre	0,4	9,05	Phadebas	-0,4
09	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
10	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
11	Analiz edilmedi		425	Spektrofotometre	0,5	8,7	Phadebas	-0,6
12	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
13	0,446	0,9	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
14	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
15	0,395	-1,4	424,358	Spektrofotometre	0,5	8,05	Schade	-1,1
16	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
17	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
18	0,36	-3,0	384	Spektrofotometre	-1,0	Analiz edilmedi		
19	0,45	1,1	453,8	Spektrofotometre	1,6	8,03	Phadebas	-1,1
20	0,4	-1,2	443	Spektrofotometre	1,2	11,45	Phadebas	1,2
21	0,0059	-18,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
22	0,44	0,6	395	Spektrofotometre	-0,6	10,5	Phadebas	0,6
23	0,432	0,3	400,4	Spektrofotometre	-0,4	10,25	Phadebas	0,4
24	0,45	1,1	425,7	Spektrofotometre	0,5	Analiz edilmedi		
25	0,41	-0,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		

Tablo 27 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (elektrik iletkenliği, diastaz sayısı, prolin) ($|z| > 2$ ya da $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

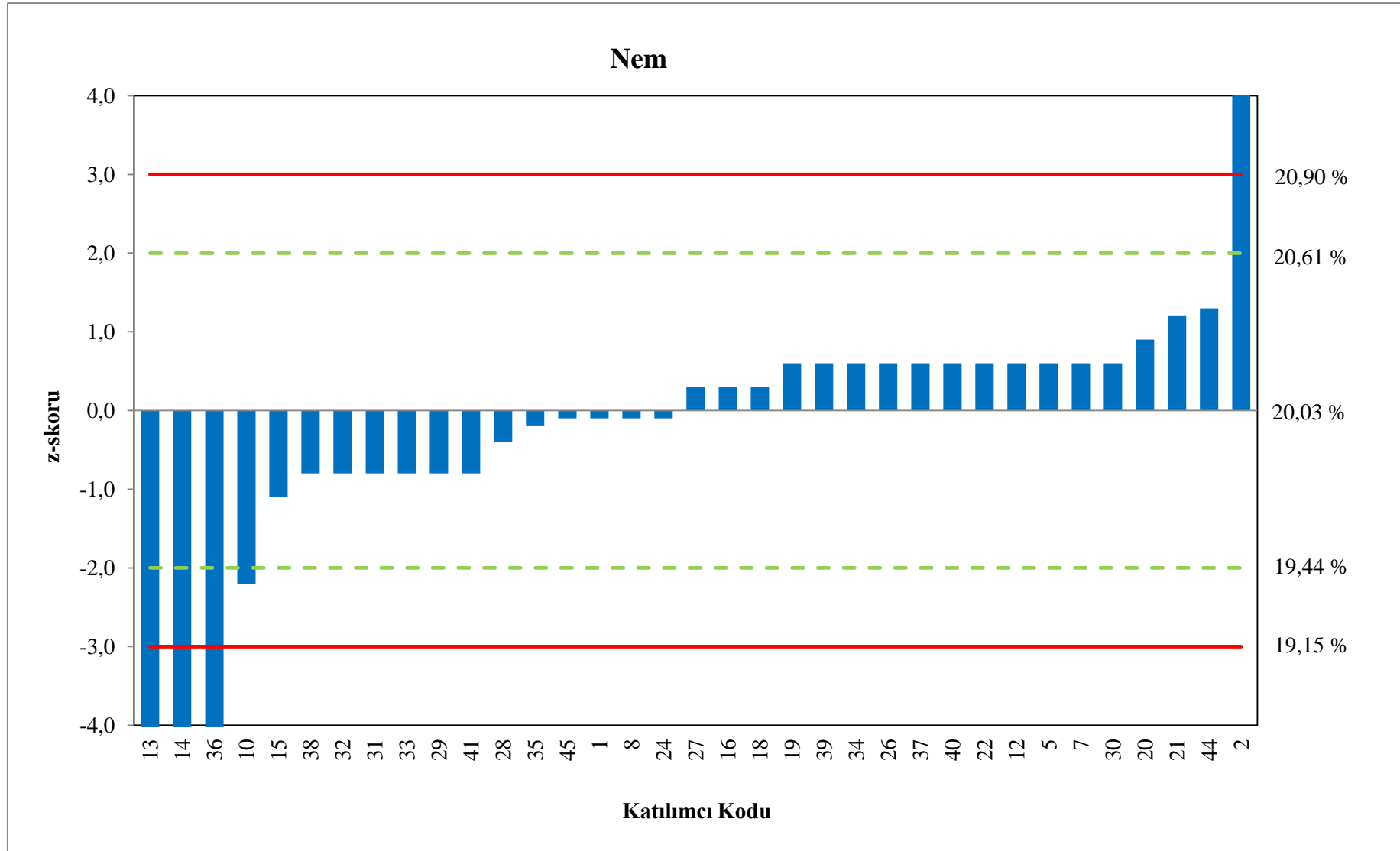
Lab Kodu	Elektrik iletkenliği		Prolin			Diastaz sayısı		
	Atanmış Değer	0,43 mS/cm	Atanmış Değer	411 mg/kg		Atanmış Değer	9,6 DS	
	Sonuç (mS/cm)	z'-skoru	Sonuç (mg/kg)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru	Sonuç (DS)	Kullanılan cihaz/teknik	z'-skoru
26	0,4	-1,2	339,8	Spektrofotometre	-2,7	10,53	Phadebas	0,6
27	0,4	-1,2	412	Spektrofotometre	0,0	8,3	Phadebas	-0,9
28	0,464	1,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
29	0,64	9,5	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
30	0,4185	-0,3	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
31	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
32	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
33	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
34	Analiz edilmedi		414,4	Spektrofotometre	0,1	8,8	Phadebas	-0,6
35	0,434	0,3	412,28	Spektrofotometre	0,0	12,8	Diğer	2,1
36	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
37	0,43	0,2	412	Spektrofotometre	0,0	Analiz edilmedi		
38	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
39	0,451	1,1	409	Spektrofotometre	-0,1	8,6	Schade	-0,7
40	0,39	-1,6	113,15	Spektrofotometre	-11,2	Analiz edilmedi		
41	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
42	Analiz edilmedi		Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
43	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi			Sonuç bildirmedi		
44	0,41	-0,7	472	Spektrofotometre	2,3	8,3	Diğer	-0,9
45	Analiz edilmedi		402,13	Spektrofotometre	-0,3	8,6	Phadebas	-0,7

Tablo 28. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (HMF, naftalin) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

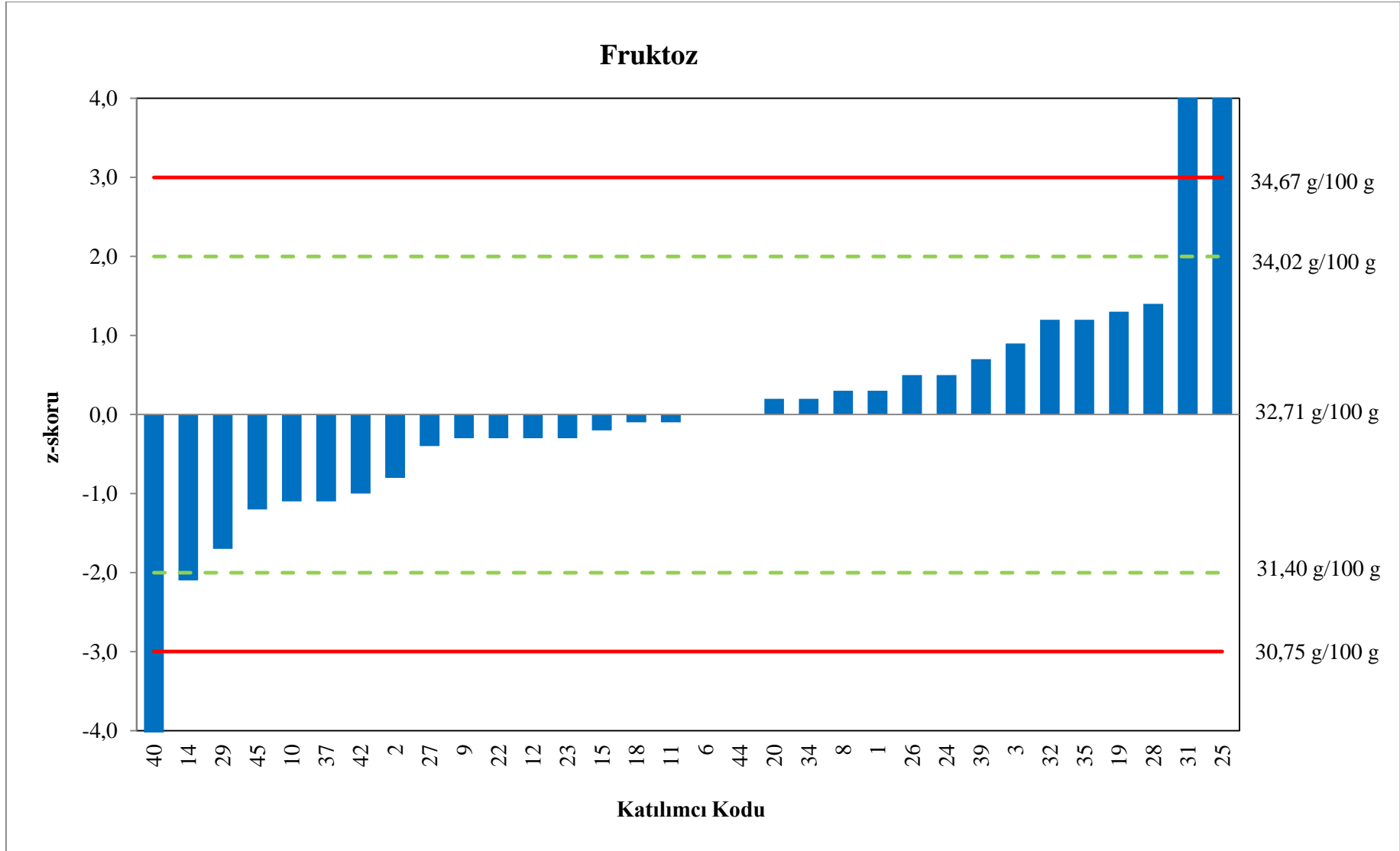
Lab Kodu	HMF				Naftalin			
	Atanmış Değer		24,3 mg/kg		Atanmış Değer		72,0 µg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (µg/kg)	z-skoru
01	23,5	HPLC	1,6	-0,3	Analiz edilmedi			
02	22,24	HPLC	0,92	-0,8	Analiz edilmedi			
03	22,75	Spektrofotometre	0,2	-0,6	Analiz edilmedi			
04	27,81	Spektrofotometre	1	1,5	Analiz edilmedi			
05	22,2	HPLC	1	-0,9	Analiz edilmedi			
06	24,75	Bildirilmedi	Bildirilmedi	0,2	Analiz edilmedi			
07	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
08	23,62	HPLC	0,25	-0,3	51	Headspace-GC/MS	10	-1,3
09	24,1	HPLC	9,11	-0,1	63,56	GC/MS/MS	5	-0,5
10	25	HPLC	2	0,3	Analiz edilmedi			
11	22	HPLC	Bildirilmedi	-0,9	Analiz edilmedi			
12	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
13	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
14	24,18	Spektrofotometre	-	0,0	Analiz edilmedi			
15	23,13	HPLC	0,69	-0,5	Analiz edilmedi			
16	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
17	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
18	27	HPLC	5	1,1	Analiz edilmedi			
19	20,49	HPLC	2,46	-1,6	Analiz edilmedi			
20	24,54	HPLC	0,061	0,1	63,68	SPME-GC/MS	8,53	-0,5
21	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
22	22	HPLC	1	-0,9	50	Headspace-GC/MS	1	-1,4
23	24,53	HPLC	0,87	0,1	Analiz edilmedi			
24	24,48	HPLC	Bildirilmedi	0,1	Analiz edilmedi			
25	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			

Tablo 28 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (HMF, naftalin) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

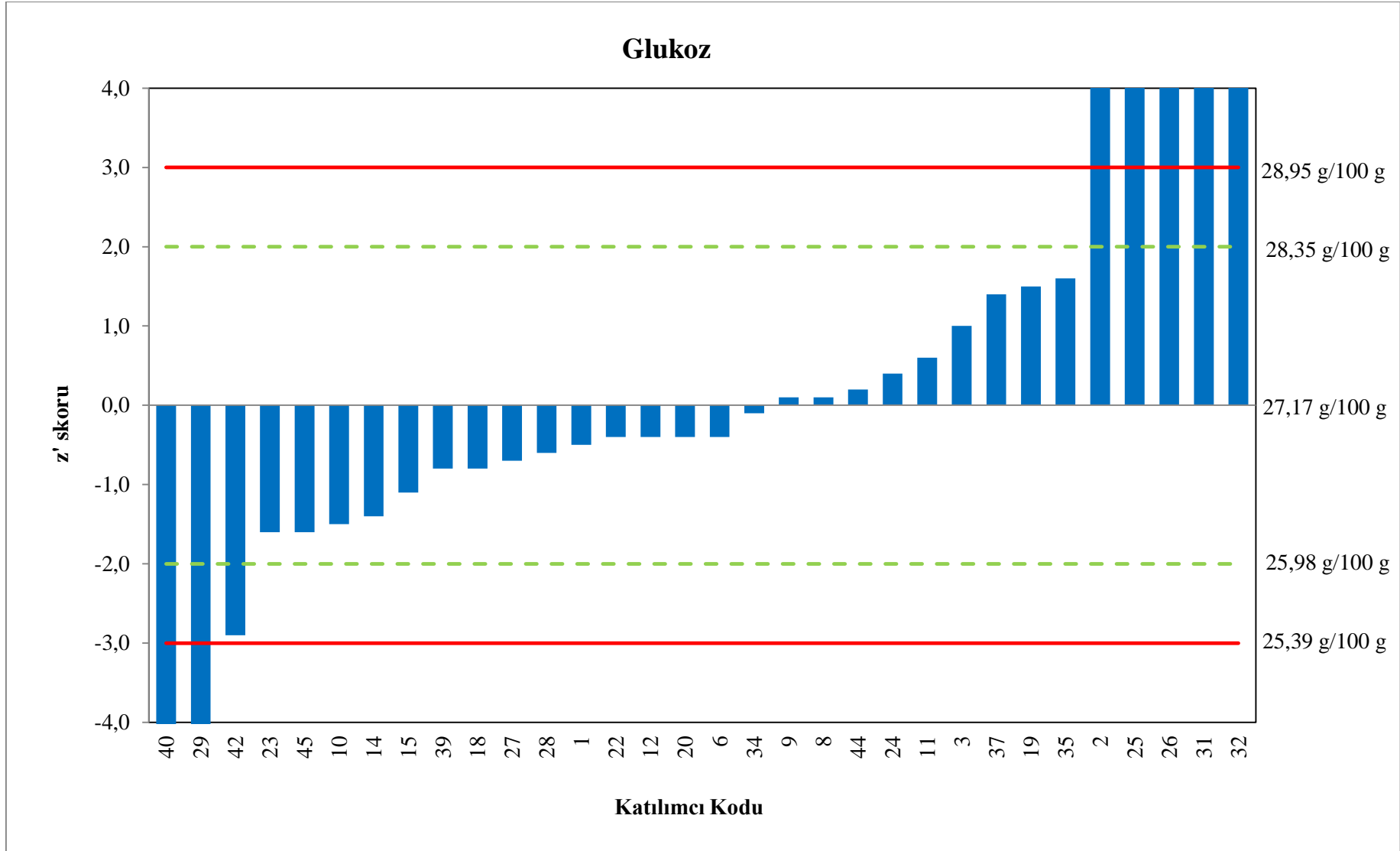
Lab Kodu	HMF				Naftalin			
	Atanmış Değer		24,3 mg/kg		Atanmış Değer		72,0 µg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (g/100g)	Kullanılan cihaz/teknik	LOQ (µg/kg)	z-skoru
26	24,7	Bildirilmedi	1	0,2	Analiz edilmedi			
27	26,4	HPLC	-	0,9	Analiz edilmedi			
28	27,88	Bildirilmedi	1,47	1,5	44	Bildirilmedi	5	-1,8
29	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
30	19,05	Bildirilmedi	10	-2,2	Analiz edilmedi			
31	35,8	HPLC	0,31	4,8	Analiz edilmedi			
32	36,9	HPLC	Bildirilmedi	5,3	Analiz edilmedi			
33	21,59	HPLC	5	-1,1	Analiz edilmedi			
34	24,2	Spektrofotometre	Bildirilmedi	0,0	Analiz edilmedi			
35	26,67	HPLC	2,6	1,0	Analiz edilmedi			
36	19,015	HPLC	-	-2,2	Analiz edilmedi			
37	26,4	Spektrofotometre	0,78	0,9	Analiz edilmedi			
38	Analiz edilmedi				67	Headspace-GC/MS	2	-0,3
39	28,3	Spektrofotometre	1,2	1,7	51	Headspace-GC/MS	1	-1,3
40	22,09	HPLC	2,2	-0,9	Analiz edilmedi			
41	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
42	27,48	HPLC	18	1,3	Analiz edilmedi			
43	Sonuç bildirmedi				Sonuç bildirmedi			
44	23,8	HPLC	Bildirilmedi	-0,2	47,5	Headspace-GC/MS	Bildirilmedi	-1,5
45	19,82	HPLC	2,052	-1,8	Analiz edilmedi			



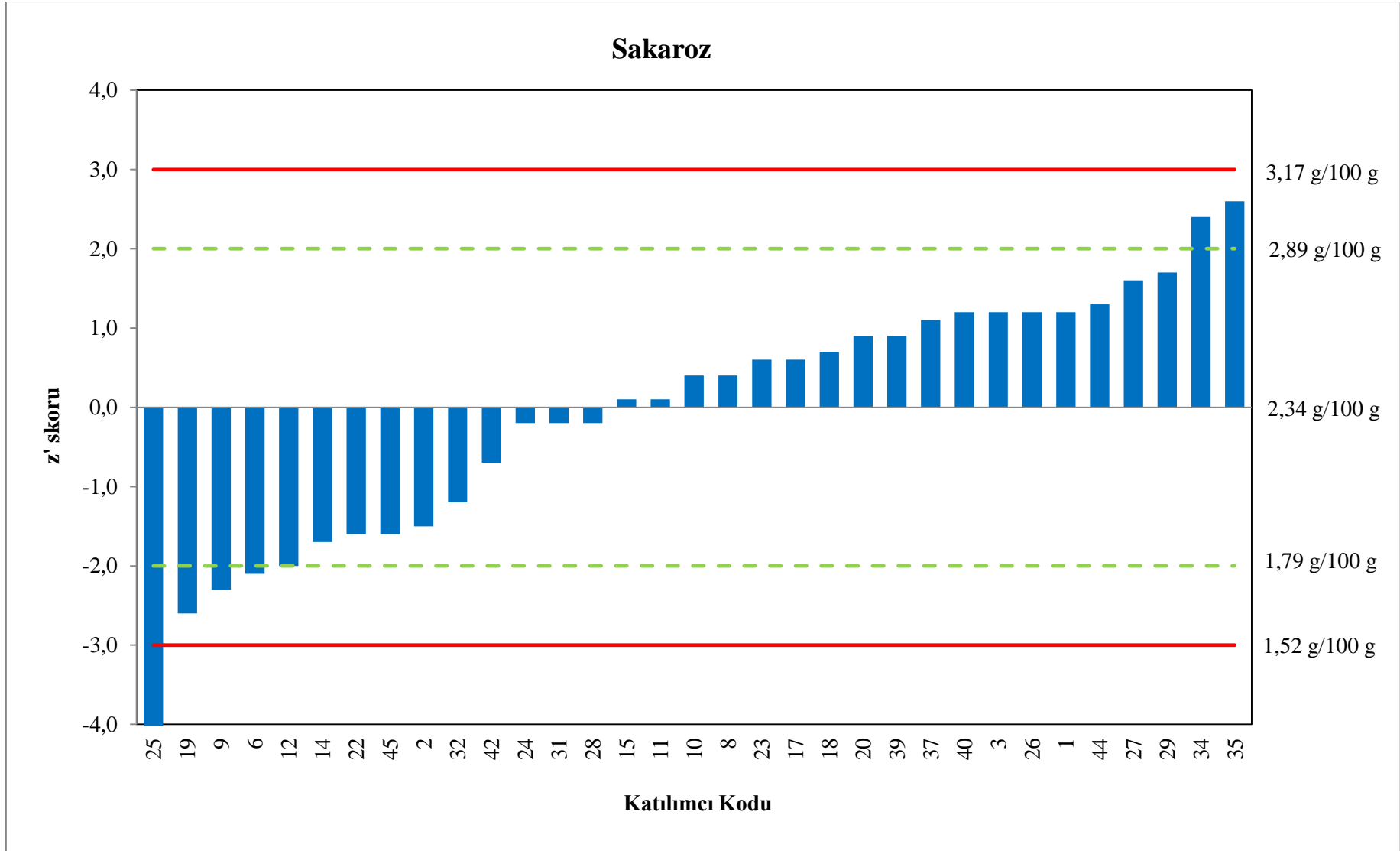
Şekil 1. Nem parametresi için z-skorları histogramı



Şekil 2. Fruktoz parametresi için z-skorları histogramı

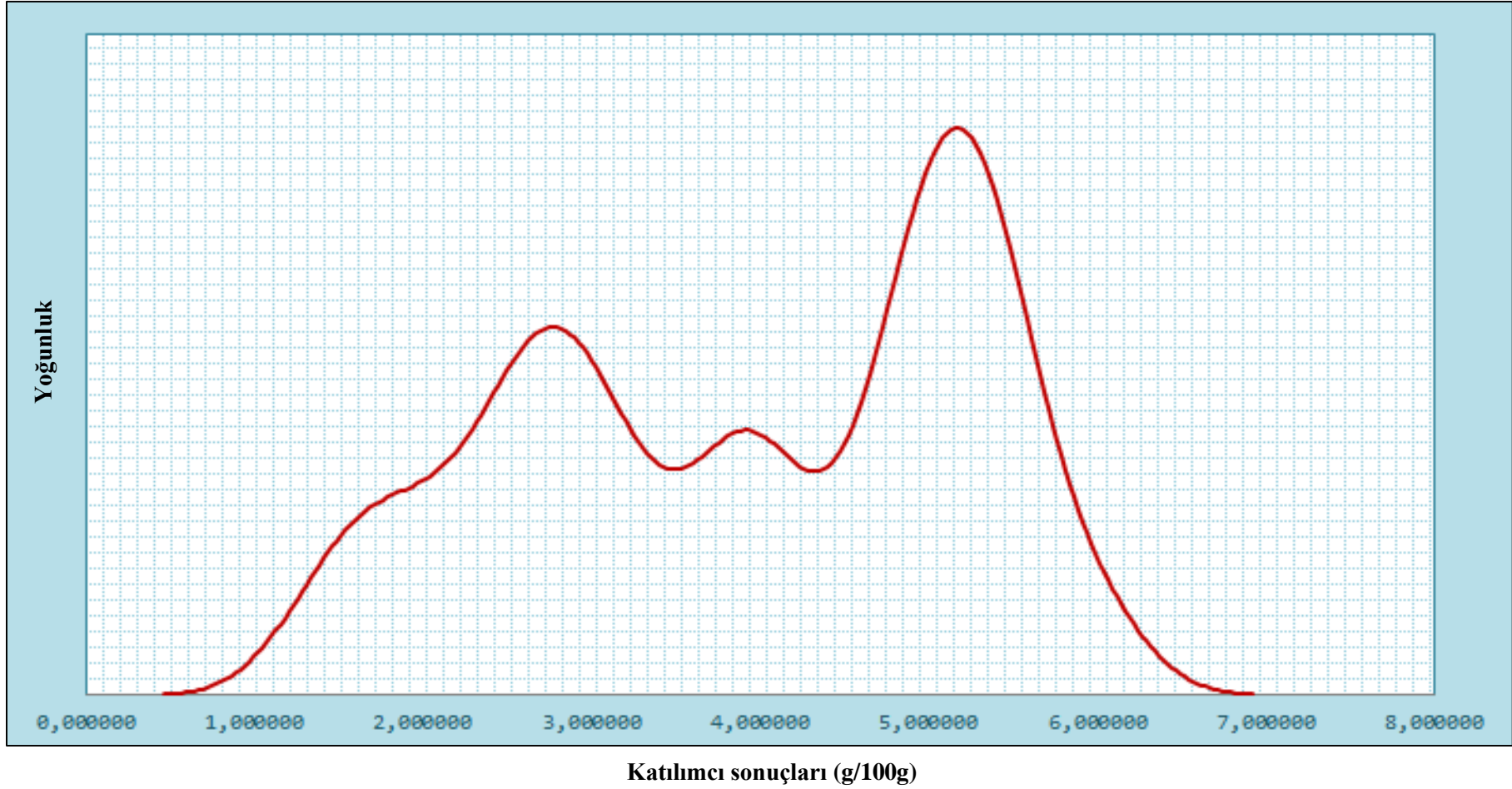


Şekil 3. Glukoz parametresi için z'-skorları histogramı

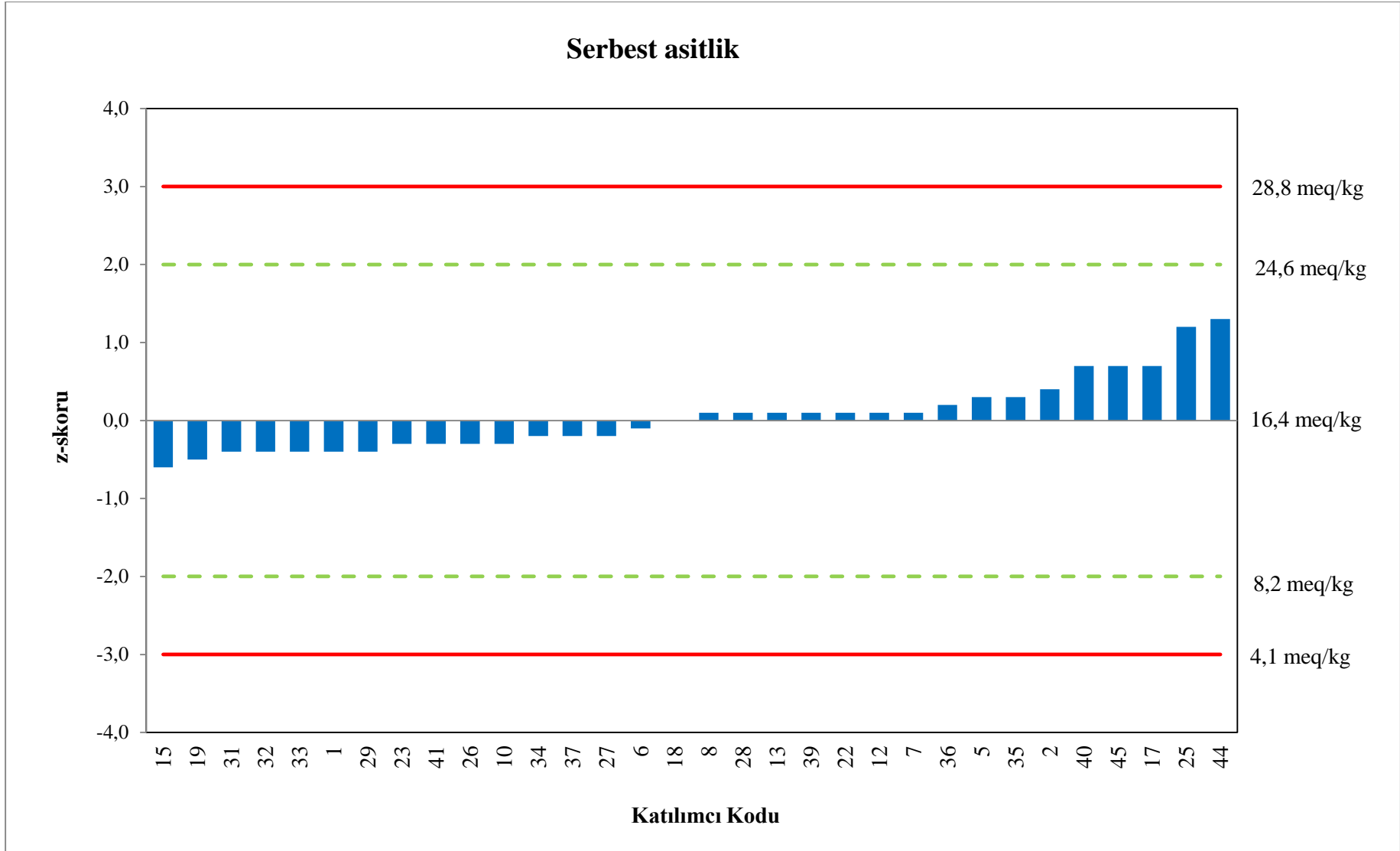


Şekil 4. Sakaroz parametresi için z'-skorları histogramı

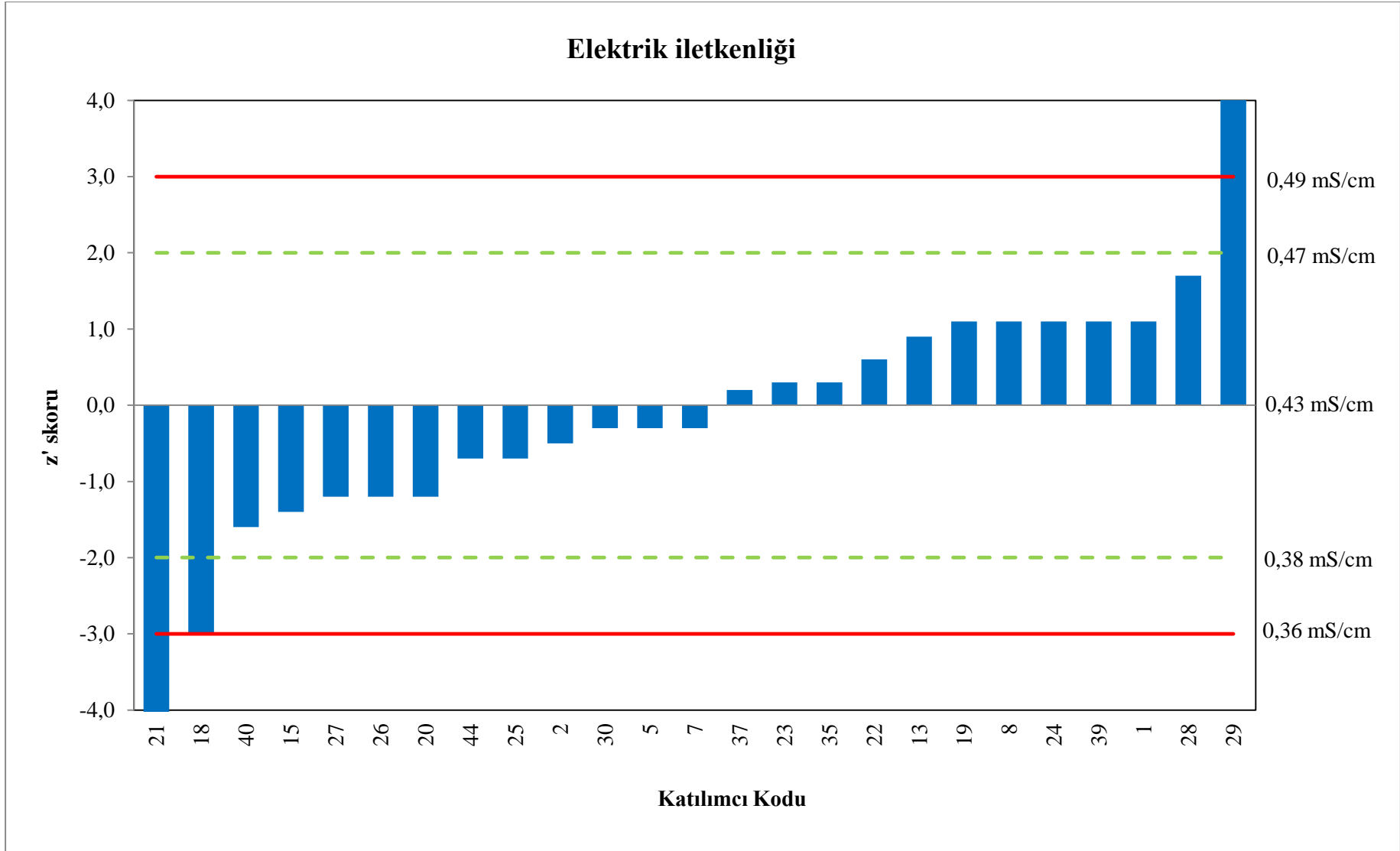
Maltoz



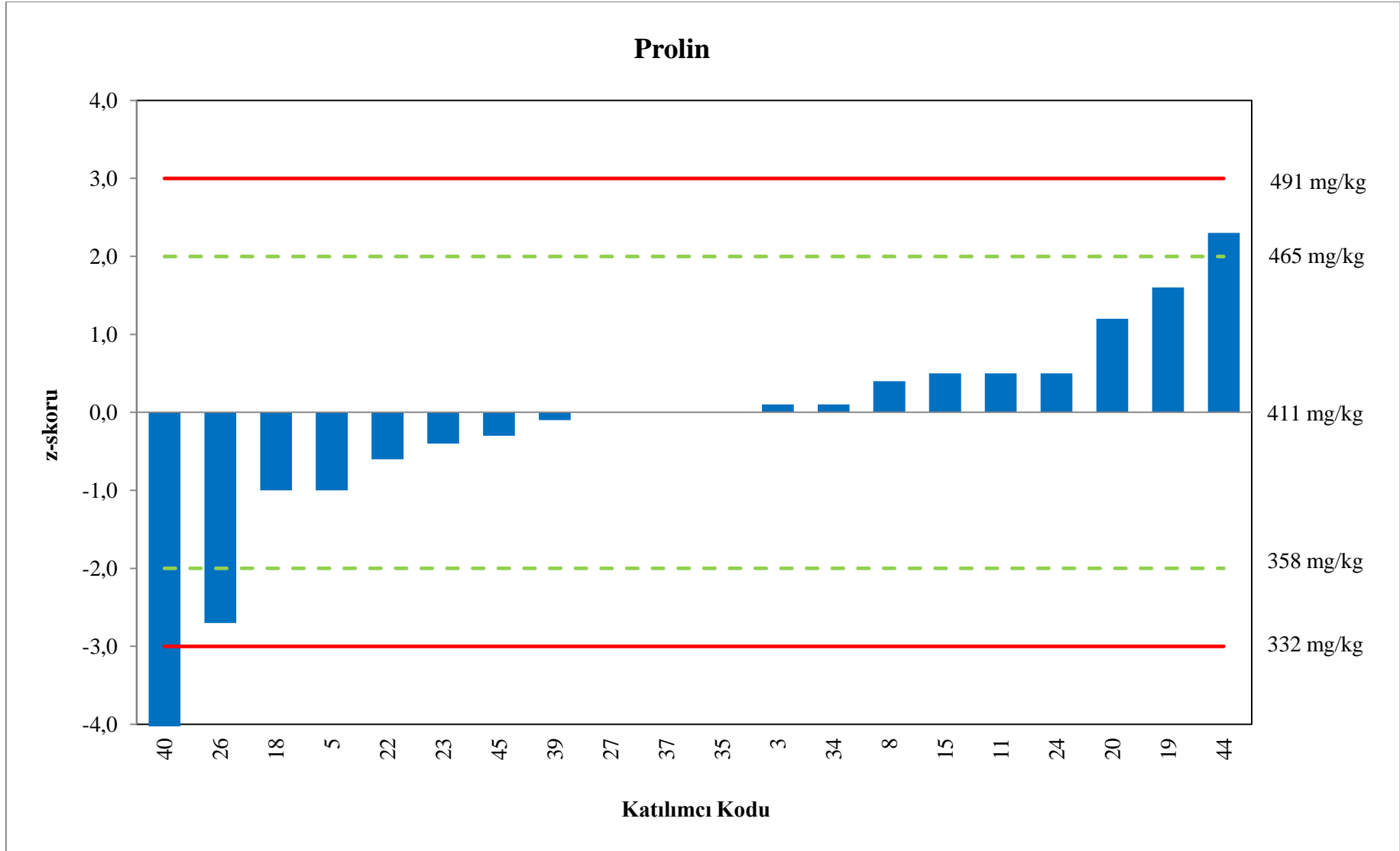
Şekil 5. Maltoz parametresi için çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği ($\sigma_k=0,75 \sigma_{pt}$, $n=22$, $n_k=256$, $h=0,32391$) (Maltoz parametresi için performans değerlendirmesi yapılmadığından, bu parametre için bilgilendirme amaçlı olarak katılımcı sonuçlarının dağılımını gösteren çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği verilmektedir.)



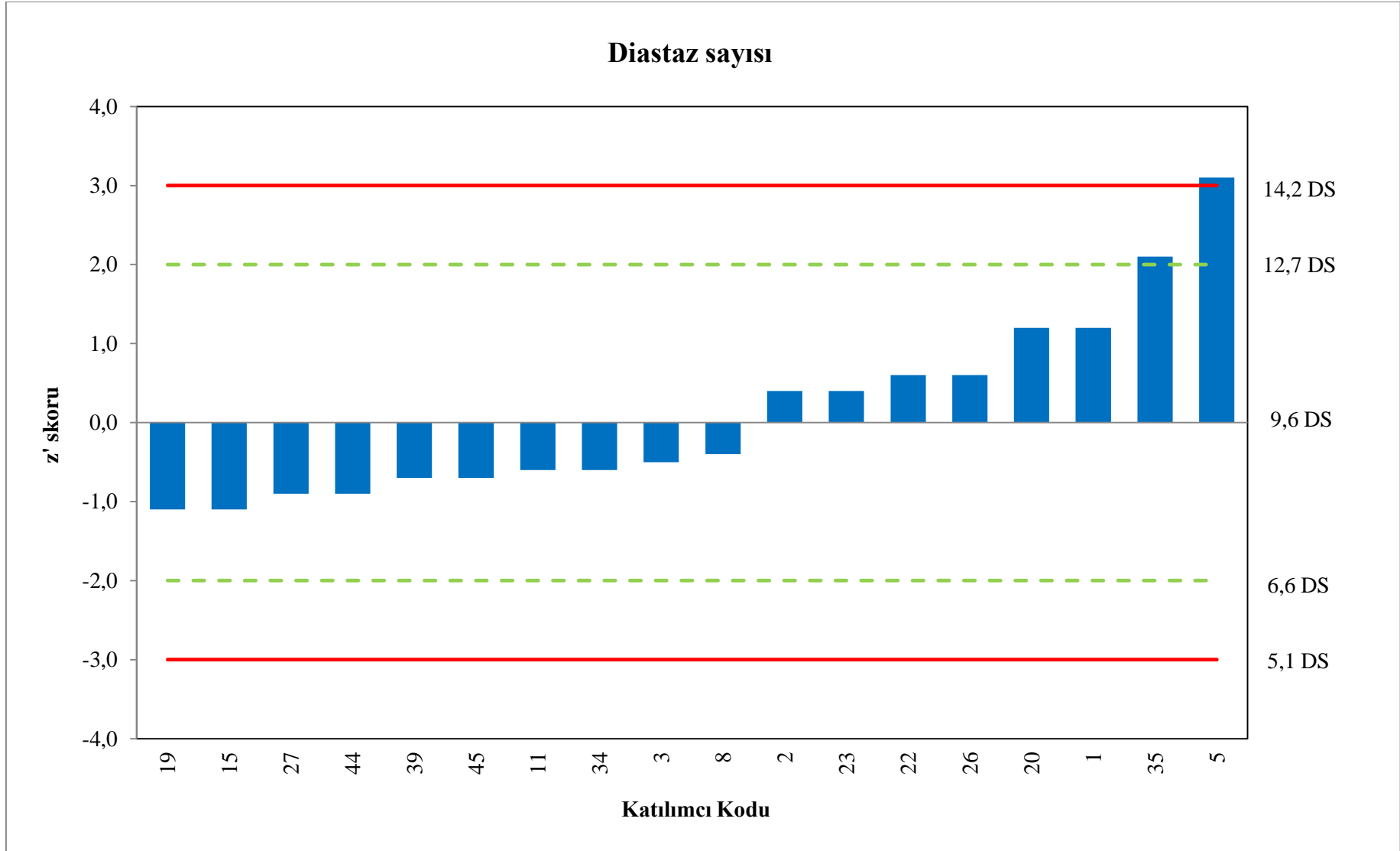
Şekil 6. Serbest asitlik parametresi için z-skorları histogramı



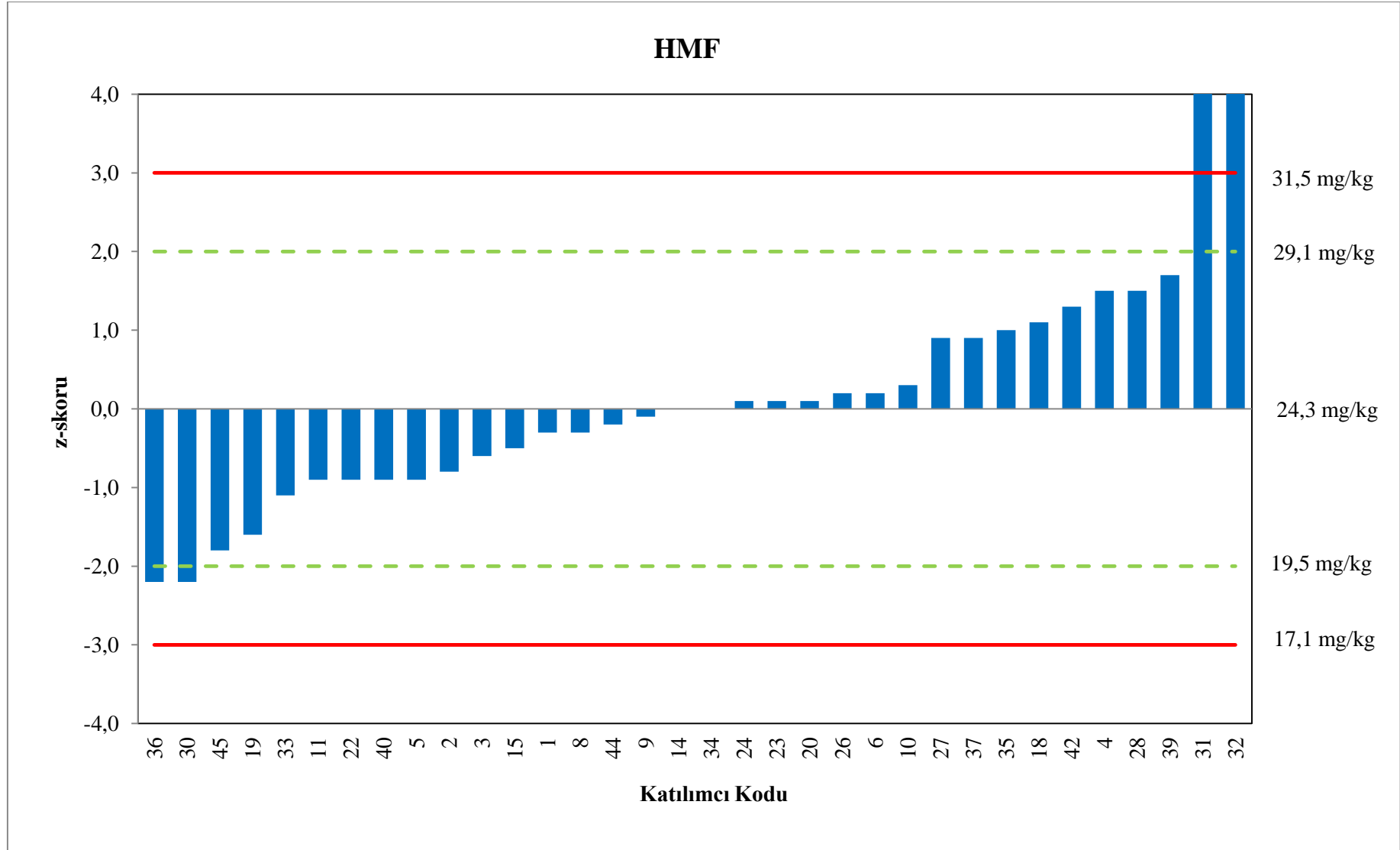
Şekil 7. Elektrik iletkenliđi parametresi için z'-skorları histogramı



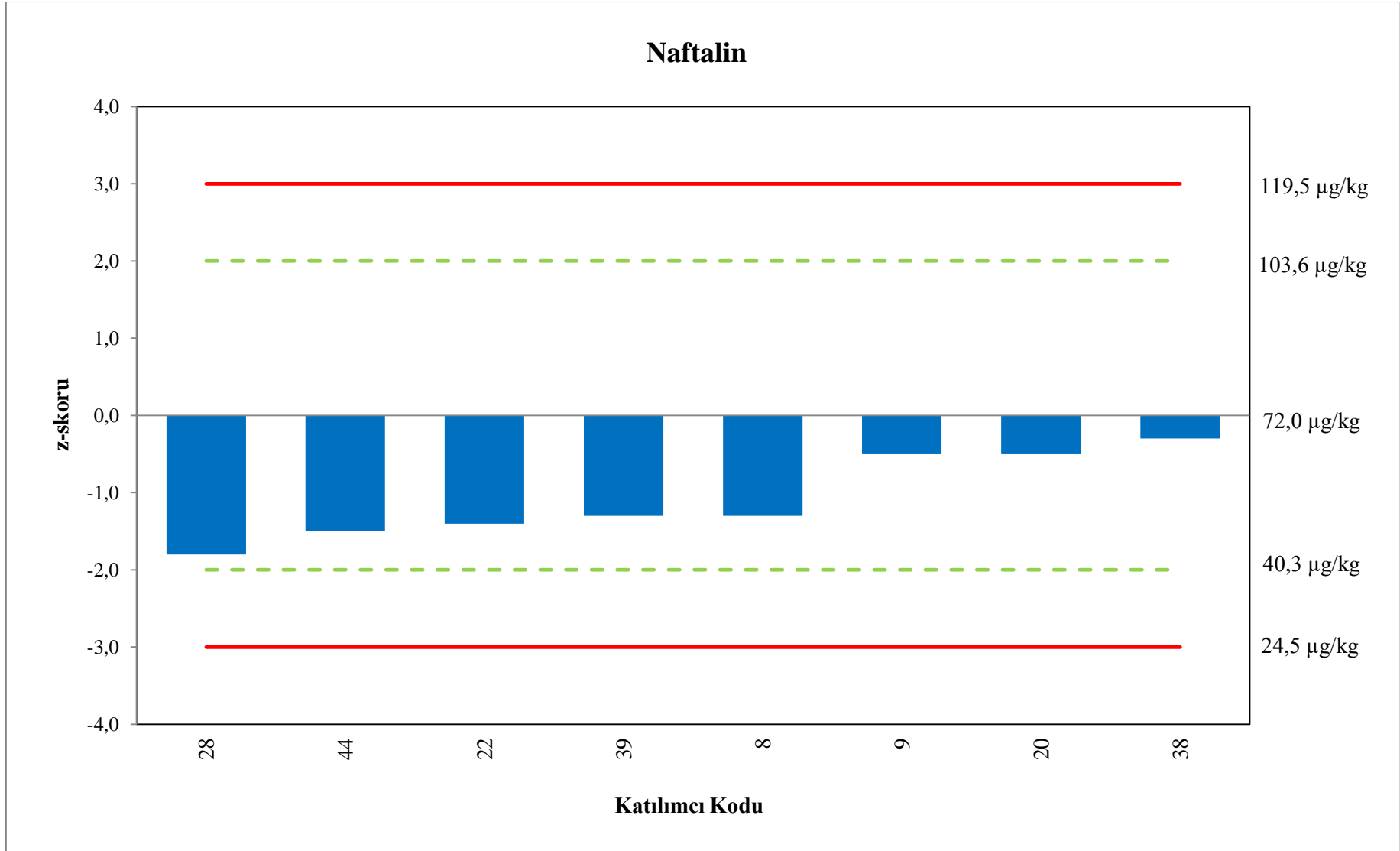
Şekil 8. Prolin parametresi için z-skorları histogramı



Şekil 9. Diastaz sayısı parametresi için z'-skorları histogramı



Şekil 10. HMF parametresi için z-skorumları histogramı



Şekil 11. Naftalin parametresi için z-skorları histogramı

Tablo 29. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
16	Nem sonucu için analiz ön işlem yapılarak kırılma indisi skalasıyla sonuçlandırılmıştır.
27	Katılımcı kodu:27

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

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 30’da sunulmaktadır.

Tablo 30. Katılımcı analiz bilgileri

NEM

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
TS 13365	01 02 05 08 10 13 15 16 19 20 21 28 30 33 35 37 38 40 41 45
TS 3036	18 29 32 34 36
IHC	07 22
TS ISO 760, Karl Fischer	12
AOAC 969.38	44
Bildirilmedi	14 24 26 27 31 39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	08 12 15 19 20 21 22 30 33 35 37 38 44
Hayır	01 02 05 07 13 16 18 26 28 29 31 32 34 36 39 40 41 45
Bildirilmedi	10 14 24 27
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
Refraktometre	01 02 05 07 08 10 13 15 16 18 19 20 21 22 26 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 44 45
Karl Fischer, Potansiyometrik	12
Bildirilmedi	14 24 27
Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
<1	05 07 10 12 15 20 22 26 34 30 34 37
≥1-<2	02 08 13 18 19 21 29 32 38 44
≥2-<5	45
≥10	01 16 28 33 35 39
Bildirilmedi	14 24 27 36 41

REFRAKTOMETRİK ANALİZLER İÇİN:													
Kullanılan refraktometre türü:	Laboratuvar Kodu												
Dijital Refraktometre	02	05	07	10	15	16	19	21	29	30	31	32	37
	38	44	45										
Abbe Refraktometresi	01	08	13	18	20	22	26	28	33	34	35	36	40
	41												
Bildirilmedi	12	14	24	27	39								
Kullanılan refraktometre tipi:	Laboratuvar Kodu												
Masaüstü	01	02	05	07	08	13	15	18	19	20	21	22	26
	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
	45												
Portatif	10	41	44										
Dijital	16												
Bildirilmedi	12	14	24	27									
Kullanılan refraktometre markası:	Laboratuvar Kodu												
Atago	02	15	16	22	32	39	44	45					
ZUZİ	35												
Isolab/Abbe(618.41.001)	28												
Anton Paar	05	13	38										
RUDOLPH J47	21												
CETİ	34	36											
Euromax	26												
Krüss	20	31	37										
Ertick	33												
CESNA	40												
Schmidt&Haensch/ATR-ST	19	30											
Optic Ivtmen System	01												
JKI	08												
Kyoto Kem	07												
Bildirilmedi	10	12	14	18	24	27	29	41					

ŞEKER (FRUKTOZ, GLUKOZ, SAKAROZ, MALTOZ)

Tüm şekerler (fruktoz, glukoz, sakaroz, maltöz) aynı metotla analiz edilmektedir	Laboratuvar Kodu												
Evet	01	02	03	06	08	09	10	11	12	14	15	18	19
	20	22	23	24	25	26	27	28	29	31	32	34	35
	37	39	40	42	44	45							

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
AOAC 977.20 / 1995	01 06 09 10 12 14 17 22 24 31 32 37 42
TS 13359	03 11 15 20 25 34 40
IHC	08 19 23 28 29 35
AOAC 980.13	02 27
DIN 10758	18 44
Bildirilmedi	13 26 39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 06 08 10 11 12 14 15 17 19 20 22 23 24 28 29 34 35 37 39 40 42 44 45
Hayır	02 03 09 18 25 26 27 31 32
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
HPLC-RID	01 02 03 06 08 09 10 11 12 14 15 17 18 19 20 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 37 39 40 42 44 45
Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
<1	10 44
≥1-<2	02 03 12 17
≥2-<5	15 25 45
≥5-<10	01 08 11 14 18 20 22 23 24 26 27 28 31 32 34 35 37 42
10	06
Belirtilmedi	09 19 39 40
HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Soğuk su ekstraksiyonu	02 03 08 09 10 12 14 15 17 18 23 26 32 35 40
Solvent ekstraksiyonu	01 11 19 22 27 29 34 37 39 44 45
Sıcak su ekstraksiyonu	24
Su: Metanol (75:25)	25
Sıcak su ve metanol	28
Hayır	06
Bildirilmedi	20 31 42
İç standart kullanıldı mı?	Laboratuvar kodu
Hayır	01 02 03 06 08 09 10 11 12 14 15 18 20 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 37 39 42 44 45
Belirtilmedi	17 19 40

Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
NH2	01 03 08 10 12 15 17 18 19 20 23 24 26 28 29 31 32 34 35 37 39 40 42 44 45
Karbonhidrat kolonu	02 06 11 14 22 25
Silica	09
Luna Omega SUGAR	27
Enjeksiyon hacmi (µL):	Laboratuvar Kodu
<5	27 44
≥5-<10	45
≥10-<25	01 02 03 06 08 09 10 11 12 14 15 17 19 20 22 24 25 26 28 29 31 32 34 35 37 39 42
≥25-<50	18 23
≥50-<100	40
Kolon sıcaklığı (°C):	Laboratuvar Kodu
≥20-<50	01 02 03 06 08 09 10 11 12 14 15 17 18 19 20 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 37 39 42 44 45
≥50	40
Mobil faz bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Asetonitril:Su	01 02 03 06 08 10 11 12 15 17 18 19 20 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 37 39 40 42 44 45
%80 ACN	09
Su	14
Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 08 10 14 15 17 19 20 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 37 39 40 42 44 45
Hayır (Gradient)	03 06 12 18
Bildirilmedi	09 11
Kullanılan standartların markası:	Laboratuvar kodu
Merck	02 03 06 10 11 15 17 18 22 23 25 26 28 29 31 32 37 44
Sigma/Aldrich	01 08 09 14 19 24 34 40 42 45
Acros	27
Fluka	12
Alfa Aesar	35
Bildirilmedi	20 39

Geri kazanım düzeltilmesi yapıldı mı?	Laboratuvar kodu
Hayır	01 02 03 06 08 10 11 12 14 15 17 18 19 22 24 25 26 27 28 31 32 34 37 39 42 44 45
Evet	23 29 35 40
Bildirilmedi	09 20

SERBEST ASİTLİK

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
TS 13360	01 07 08 10 12 13 15 17 25 26 27 28 33 35 40 41
TS 3036	02 18 29 32 34 36
IHC	05 19 22 23 45
DIN 10756	44
AOAC 962.19	37
Bildirilmedi	31 39

Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 08 15 17 18 23 28 33 35 39 44
Hayır	02 05 07 10 12 13 19 22 25 26 27 29 31 32 34 36 37 40 41 45

Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
Titrimetrik	01 02 05 07 08 10 12 13 15 17 18 19 22 23 25 26 27 29 31 32 34 35 36 37 39 40 41 45
Diğer	44
Bildirilmedi	28 33

Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
≥5-<10	02 19 27
10	01 5 7 8 10 12 13 15 17 18 22 23 25 26 28 29 31 33 34 35 37 39 40 41 44
>10-<25	32 45
Bildirilmedi	36

CO2 uzaklaştırıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	05 08 10 15 17 18 19 25 26 27 28 29 31 32 33 35 37 39 40 41 44
Evet	01 02 07 12 13 22 23 34 36 45

CO2 uzaklaştırıldı ise uzaklaştırma metodu:	Laboratuvar Kodu
Isıtma	02 07 12 13 22 23 36
Karıştırma	34
Bekletme	45
Ultrasonik Banyo	01
pH metre kalibrasyonu yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 05 07 08 10 12 13 17 18 19 22 23 25 26 27 28 29 31 32 33 34 35 37 39 40 41 44 45
Hayır	15
Belirtilmedi	36
pH metre kalibrasyonu yapıldı ise kalibrasyon yapılan pH değerleri:	Laboratuvar Kodu
4 7 10	05 07 10 12 15 19 28 32 35 41
4 7	13 17 18 22 23 25 29 33 37 40 45
4 7 9	39 44
4 7 9,21	34
4,01 7,00 9,21	31
4 10	26
4	02
7 10	08
2 4 7 10	01
Bildirilmedi	27 36
pH metrede sıcaklık ölçme sistemi var mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 05 07 08 10 12 13 15 18 19 22 23 25 26 28 29 31 33 34 35 37 39 40 41 44 45
Hayır	17 32
Belirtilmedi	27 36

Kullanılan pH metre marka/modeli:	Laboratuvar Kodu
Mettler Toledo	01 25 31 32 34 37 39
WTW	07 12 13 17 26
OHAUS / STARTER 3100M	08 23 28
Radiometer/PHM210CO	02 05
Fisher Scientific	33
AZ INSTRUMENT CORP.	40
Metrohm	44
Inolab 730p	29
Thermo Scientific Orion VersaStar Pro	18
Velp Selecta	41
SI ANALYTICS	19
Hach	45
P. Selecta	35
Bildirilmedi	10 15 22 27 36
Titrasyonda kullanılan büret tipi	Laboratuvar Kodu
Cam Büret	01 08 13 15 17 18 19 23 25 26 27 28 29 32 33 35 36 37 39 40 41 44 45
Digital Büret	05 07 10 12 22 34
Diğer	02
Bildirilmedi	31
Titrasyonda kullanılan büret hassasiyeti (ml):	Laboratuvar Kodu
< ± 0,01	05 19 22 27
= ± 0,01	02 16 23 26 31 39
> ± 0,01 - < ± 0,02	08 12 17 18 25 41 44
= ± 0,02	01 10 13 15 29 34 37 45
= ± 0,1	07 28 32 33 40
> ± 0,1 - < ± 0,2	35
Bildirilmedi	36
Maksimum titrasyon süresi (sn):	Laboratuvar Kodu
60	01 02 05 07 08 10 12 13 15 17 18 22 25 26 27 28 29 31 32 33 34 35 37 40 41 44 45
120	23 39
Diğer	19
Bildirilmedi	36

ELEKTRİK İLETKENLİĞİ

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
TS 13366	01 08 13 15 19 20 21 24 25 26 28 30 37 40
IHC (International Honey Commission)	02 05 07 18 22 23 27 29 35
DIN 10753	44
Bildirilmedi	39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Hayır	01 02 05 07 13 20 21 23 24 25 26 27 28 29 35 37
Evet	08 15 18 19 22 30 39 44
Bildirilmedi	40
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
İletkenlik ölçer	01 02 05 07 08 13 15 18 19 20 22 23 24 25 26 27 28 29 30 35 37 39 40 44
Bildirilmedi	21
Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
10	44
>10-<25	01 02 05 07 08 13 15 18 19 20 21 22 23 24 26 27 28 29 30 35 37 39
>25	25
Bildirilmedi	40
Kullanılan iletkenlik ölçer marka/modeli:	Laboratuvar Kodu
Inolab WTW	07 13 20 21 37
OHAUS / STARTER	08 23 28
HACH	05 25 26
Mettler Toledo	01 30
Eutech Instruments Oakton	27
Metrohm	44
Crisson	15
Sensortechnik-LF39	02
J.P. SELECTA	29
Thermo Scientific Orion VersaStar Pro	18
Hanna HI 2550	19
Chebios-DDSJ-308A	35
Bildirilmedi	22 24 39 40

İletkenlik ölçer hassasiyeti ($\mu\text{S}/\text{cm}$):	Laboratuvar Kodu
< 0,001 $\mu\text{S}/\text{cm}$	24
= 0,001	01 15 18 22 25 26 30 39
= 0,01	05 13 21 28 29 35 37
= 0,1	07 20 27
= 1	02
Bildirilmedi	08 19 23 40 44
İletkenlik ölçer kalibrasyonu yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 05 07 08 13 15 18 19 20 21 22 23 24 25 26 28 29 30 35 37 39 44
Hayır	27
Bildirilmedi	40
İletkenlik ölçerde sıcaklık ölçme sistemi var mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 05 07 08 13 15 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 37 39 44
Hayır	35

PROLİN

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
IHC (International Honey Commission)	03 05 08 18 22 23 27
TS 13357	11 15 19 20 24 26 35
DIN 10754	44
AOAC 979.12	34
AOAC 979.20	37
Bildirilmedi	39 40 45
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	15 18 19 22 23 35 39 44
Hayır	03 05 08 11 20 24 26 27 34 37
Bildirilmedi	40 45
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
Spektrofotometre	03 05 08 11 15 18 19 20 22 23 24 26 27 34 35 37 39 40 44 45
Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥ 2 -<5	18 34 37
≥ 5 -<10	3 5 8 11 15 19 20 22 23 24 26 27 35 39 44
Bildirilmedi	40 45

Dalga boyu (nm):	Laboratuvar Kodu
510	05 08 11 18 19 20 22 24 26 35
520	03 27 34 37 39
500-520	15 23
508-520	44
Bildirilmedi	40 45
Kullanılan standart markası:	Laboratuvar Kodu
Merck	03 05 11 15 18 19 22 23 26 34 37
Sigma/Aldrich	08 44
Acros	27
Bildirilmedi	20 24 35 39 40 45

DIASTAZ SAYISI

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
IHC	01 02 03 05 08 15 19 22 23 26 27 34 45
TS 13364	35
HMHC 2009, Phadebas	11
İşletme içi metot	44
Belirtilmedi	20 39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 08 15 19 22 23 26 27 34 35 39 44 45
Hayır	02 03 05 11 20
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
Phadebas	01 02 03 05 08 11 19 20 22 23 26 27 34 45
Schade	15 39
Diğer	35 44
Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥1-<2	01 02 03 05 08 11 19 20 22 23 26 27 34 45
≥5-<10	44
10	15 35 39

HMF

Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
HPLC	01 02 05 06 08 09 10 11 15 18 19 20 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 35 36 40 42 44 45
Spektrofotometre	03 04 14 34 37 39
HPLC ANALİZLERİ İÇİN:	
Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metod):	Laboratuvar Kodu
IHC	01 02 06 08 10 11 15 18 19 20 22 23 28 30 33 36 40
TS 13356	27 31 32 35
Journal of AOAC International Vol.76 No:2,	05 09 42
DIN 10751-3	44
IFU NO: 69	24
Bildirilmedi	26 45
Kullanılan Metod Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 05 08 10 15 18 19 20 22 23 27 28 30 33 35 36 40 42 44 45
Hayır	02 06 09 11 24 26 31 32
Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
≥1-<2	02 44
≥5-<10	01 10 11 18 19 20 24 27 30 33 36 45
10	06
≥10	05 08 15 22 23 26 28 31 32 35 40 42
Bildirilmedi	09
HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	01 02 05 08 10 11 15 18 19 20 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 35 36 40 42 44 45
Hayır	06
Bildirilmedi	09
Ekstraksiyon solvent bileşenleri:	Laboratuvar kodu
Su	01 02 05 06 08 11 18 19 20 22 24 27 28 30 31 32 33 35 36 40 42 44 45
Metanol:Su	10 23 26
%10 ACN	09
Bildirilmedi	15

Carrez durultması uygulandı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 05 09 11 20 27 31 32 35 42 44
Hayır	02 0 08 10 18 19 22 23 24 26 28 30 33 36 40 45
Bildirilmedi	15
İç standart kullanıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	05 10
Hayır	01 02 06 08 09 11 18 19 20 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 35 36 40 42 44 45
Bildirilmedi	15
Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 08 10 11 15 18 19 20 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 35 40 42 44 45
Silica	09
Hypersil	06
ODS2	05
Bildirilmedi	36
Enjeksiyon hacmi (µl):	Laboratuvar Kodu
<5	44 45
≥10-<25	01 02 05 06 08 09 10 11 15 18 19 22 23 24 26 28 30 31 32 33 35 36 40 42
≥50-<100	27
≥100	20
Kolon sıcaklığı (°C):	Laboratuvar Kodu
≥20-<50	01 02 05 06 08 09 10 11 15 18 19 20 22 23 24 26 27 28
Bildirilmedi	36
Mobil faz bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Metanol:Su	01 02 06 08 10 11 15 19 20 23 24 26 28 30 33 36 40 42 44 45
Su:Metanol:Ortofosforik Asit	31 32
Asetonitril:Su	05 22
%10 ACN %90 KH2PO4	09
Metanol	18
Disodyum hidrojenfosfat çözeltisi:Fosforik asit:Metanol	27
%95 (0,01 M Na2HPO4) : %5 (Metanol)	35

Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 05 08 09 10 15 19 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 35 40 42 44 45
Hayır (Gradient)	02 06 18 20 36
Bildirilmedi	11
Kullanılan standart markası:	Laboratuvar Kodu
Merck	02 05 06 10 19 23 26 31 32 35
Sigma/Aldrich	01 15 18 20 22 27 30 33 36
Dr.Ehrenstorfer	08 11 24 28 42 44 45
Bildirilmedi	09 40
Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	10 20 23 35 40 42
Hayır	01 02 05 06 08 11 15 18 19 22 24 26 27 28 30 31 32 33 36 44 45
Bildirilmedi	09
SPEKTROFOTOMETRE ANALİZLERİ İÇİN:	
Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
IHC Bölüm 5,3 (After Winkler Metodu)	04 34
IHC 2009, 29-31 HMF White	03
AOAC 980.23	37
Bildirilmedi	14 39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	04 34 39
Hayır	03 37
Bildirilmedi	14
Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥5-<10	03 37
≥10	04 34
Bildirilmedi	14 39
Absorbans ölçümü öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	03 04 34
Solvent ekstraksiyonu	39
Bildirilmedi	14 37
Dalga boyu (nm):	Laboratuvar Kodu
284-336	03 39
550	04 34
Belirtilmedi	14 37

Kullanılan standart markası:	Laboratuvar Kodu
Sigma/Aldrich	04
Merck	03
Bildirilmedi	14 34 37 39
Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	03 04 34
Bildirilmedi	14 37 39

NAFTALİN

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
Analytical Science November 2009 Vol.25	9 38
Journal of ApiProduct and ApiMedical Science 2 (3): 87-92 (2010) (Modifiye)	8 28
Journal Of Chrom. A, 829 (1-2), 269-277, 1998- Journal of ApiProduct and ApiMedical Science 2 (3), 87 -92, 2010 (Modifiye)	20
Journal of Chr.A, 1083	22
TS-3036	44
Bildirilmedi	39
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	8 22 28 38 39 44
Hayır	9 20
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
Headspace-GC/MS	08 22 38 44
Headspace	39
GC/MS/MS	09
SPME-GC/MS	20
Bildirilmedi	28
Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥1-<2	09 20 38
≥2-<5	44
≥5-<10	22 39
≥10	08 28
Ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	08 09 20 28 38 44
Diğer	22 39
Ekstraksiyon solventi bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Su	08 09 20 28 38 44
Bildirilmedi	22 39

Numune saflaştırma (temizleme) yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Headspace	08 09 22 28 38 39 44
SPME	20
GC kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
% 95 methyl - % 5 phenyl polysiloxane	08 09 20 22 38 44
Diğer	28
Bildirilmedi	39
GC enjeksiyon hacmi (µL):	Laboratuvar Kodu
<5	08 28
≥5-<10	22 38 39
≥25-<50	44
≥100	09
Bildirilmedi	20
GC-Kolon sıcaklığı (°C):	Laboratuvar Kodu
Gradient	39 44
Sabit (250 °C)	08 20 38
Sabit (250 °C altı)	09
Sabit (250 °C üstü)	28
Diğer	22
Kullanılan standartların markası:	Laboratuvar Kodu
Sigma/Aldrich	09 20 22
Dr.Ehrenstorfer	08 38
Fluka	44
Merck	28
Bildirilmedi	39
Geri kazanım düzeltilmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	08 09 22 28 38 39 44
Evet	20

7. GÖZLEMLER

14 adet kamu, 30 adet özel gıda kontrol laboratuvarı ile bir dış katılımcı olmak üzere toplam 45 katılımcının başvurusuyla gerçekleştirilen “KOB003 Balda Kalite Parametreleri Yeterlilik Testi”, bir özel gıda kontrol laboratuvarının sonuç bildirememesi nedeniyle 44 katılımcı sonucu ile tamamlanmıştır.

Çevrim dahilinde yer alan tüm parametrelerin katılımcı laboratuvarların hepsinin analiz kapsamında olmaması nedeniyle, her bir parametre için bildirilen sonuç sayısı farklı olmuştur. Nem, fruktoz, glukoz, sakaroz, serbest asitlik ve HMF parametreleri için verilen sonuç sayısının diğer parametrelere göre yüksek olması, bu parametrelerin daha fazla laboratuvar tarafından analiz edildiğini göstermektedir. Bu durum, bu parametrelerin sadece bal matriksine özgü parametreler olmaması ile ilişkilendirilmiştir. Elektrik iletkenliği, prolin, diastaz sayısı, naftalin gibi daha bala spesifik analizler için bildirilen sonuç sayısı daha düşük olmuştur.

Her bir parametre için sonuçlara ilişkin değerlendirmeler aşağıda açıklanmaktadır:

- **NEM**

Nem parametresi için 35 katılımcı sonuç bildirmiştir. 30 katılımcının sonucu $|z| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla bu parametre için başarılı z-skoru oranı ($\% |z| \leq 2$) % 86'dır.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz bilgileri dikkate alındığında, analizlerin tamamına yakınının refraktometrik yöntemle gerçekleştirildiği ve analizlerde büyük oranda masaüstü dijital refraktometrelerin kullanıldığı görülmektedir. Sonuçların dağılımının homojen olması ve uygun olmayan z skoru alan katılımcıların bazılarının dijital, bazılarının Abbe refraktometresi kullanıyor olması, analizde dijital refraktometre ya da Abbe refraktometresi kullanılmasının analiz sonuçlarında istatistiksel açıdan önemli farklılığa sebep olmadığını göstermektedir. International Honey Commission (IHC) Harmonised Methods'ta yer alan “Refraktometrik Yöntemle Nem Analizi” metodunun esasen Abbe refraktometreleri kapsadığı belirtilmektedir, ancak ilgili bölüme daha sonradan ilave edilen karşılaştırma çalışması sonuçları Abbe refraktometreler ile dijital refraktometreler arasındaki farkın kabul edilebilir limitler dahilinde olduğunu göstermektedir. Bu yeterlilik testinde elde edilen sonuçlar da bu bulguyu destekler niteliktedir.

- **ŞEKERLER (FRUKTOZ, GLUKOZ, SAKAROZ, MALTOZ)**

Şeker analizinde, fruktoz ve glukoz parametreleri için 32, sakaroz parametresi için 33, maltoz parametresi için ise 22 katılımcı sonuç bildirmiştir. Maltoz parametresi, 22 Nisan 2020 tarihinde güncellenen TGK Bal Tebliği'ne % 4 üst sınır ile yeni ilave edilmiştir. Bu nedenle, bal analizleri

yapan laboratuvarların maltoz parametresini de kapsamlarına ilave etmeleri gerekmektedir. Maltoz parametresi için bildirilen sonuç sayısının diğer şekerlere oranla düşük olmasının sebebinin, laboratuvarların tamamının henüz bu parametreyi kapsamlarına dahil etmemiş olmaları olduğu düşünülmektedir.

Fruktoz için 28, glukoz için 24, sakaroz için 27 katılımcının sonucu uygun z-skoru aralığındadır. Buna göre, başarılı z-skoru oranları fruktoz için % 88, glukoz için % 75, sakaroz için % 82'dir. Şekerler arasında en düşük başarı glukoz parametresinde görülmektedir.

Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan ve belirsizlik çok yüksek olduğundan atanmış değer belirlenememiştir. Belirgin tek bir modun oluşmamasının sebeplerinden biri de veri sayısının düşük olmasıdır. Maltoz analizi yapan laboratuvar sayısının artması ile, verilerin istatistiki açıdan daha sağlıklı bir şekilde değerlendirilmesi mümkün olacaktır. Ancak, yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında % 3'e yakın oranda dışarıdan maltoz ilavesi yapıldığı ve blank olarak kullanılan balda da önceden bir miktar maltoz olduğu dikkate alındığında, % 3'ün altında maltoz sonucu veren katılımcıların kendi analizlerini ciddi şekilde gözden geçirmeleri gerektiği ortaya çıkmaktadır. Her ne kadar maltoz için atanmış değer belirlenememiş olsa da, % 3'ün üzerinde olması gerektiği çok nettir. % 3'ten daha düşük maltoz sonucu bildiren laboratuvarların; özellikle matriks etkisi, girişim, kalibrasyonun kontrol edilmesi hususları açısından analizlerini gözden geçirmeleri önerilmektedir.

Şeker analiz metotlarına bakıldığında, katılımcıların tamamının şekerleri tek bir metotta analiz ettiği, tüm analizlerin HPLC-RID ile yapıldığı, AOAC 977.20, TS 13359 ve IHC metotlarının ağırlıklı olarak kullanıldığı, analizde genel olarak geri kazanım düzeltilmesi yapılmadığı ve katılımcıların % 73'ünün analizde akredite olduğu görülmektedir.

• SERBEST ASİTLİK

Serbest asitlik parametresi için 32 katılımcı sonuç bildirmiştir. Katılımcıların tamamının sonuçları $|z| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla bu parametre için başarılı z-skoru oranı $(\% |z| \leq 2) \% 100$ 'dir.

Serbest asitlik analizi, titrimetrik bir yöntem olup, genel olarak belirsizliği yüksek bir analizdir. Buna bağlı olarak, hedef RSD değeri de oldukça yüksektir. 16,4 meq/kg atanmış değere sahip parametre için başarılı z skoru aralığına denk gelen serbest asitlik değerleri 8,2-24,6 meq/kg'dır.

Analiz bilgileri incelendiğinde, katılımcıların büyük çoğunluğunun analizi cam büret ile gerçekleştirdikleri, az sayıda katılımcının dijital büret kullandığı ve toplam titrasyon süresi olarak genellikle 60 saniye kullanıldığı görülmektedir. IHC metodu ile TS 13360 metodu arasında

maksimum titrasyon süresi bakımından farklılık vardır. TS 13360 metodunda titrasyonun 60 saniye içerisinde tamamlanması gerektiği belirtilirken, IHC metodunda bu süre 120 saniye olarak belirtilmektedir. Titrasyon hızı, analiz en kritik basamağıdır. Titrasyon yavaş gerçekleştirildiğinde sodyum hidroksit ilavesi ile yükselen pH'da yeniden düşmeler meydana gelmekte, bunun sonucunda hedef pH değerine ulaşılması için harcanan sodyum hidroksit hacmi, dolayısıyla serbest asitlik değeri artmaktadır. Bu nedenle, analizlerde genel olarak 120 saniye yerine 60 saniyenin kullanılıyor olması olumlu olarak değerlendirilmiştir.

• ELEKTRİK İLETKENLİĞİ

Elektrik iletkenliği parametresi için 25 katılımcı sonuç bildirmiştir. 22 katılımcının sonucu $|z'| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla bu parametre için başarılı z-skoru oranı ($\% |z'| \leq 2$) % 88'dir.

Uygun olmayan z-skoru alan laboratuvarlardan bir tanesi bu parametre için kaba hata olarak değerlendirilen ve atanmış değer hesabında kullanılmayan çok düşük bir sonuç vermiştir.

Analiz için TS 13366 ve IHC metotlarının kullanıldığı görülmektedir. Analizlerde farklı marka/model iletkenlik ölçerler kullanılmasına rağmen sonuçların uyumlu olması, analizde kullanılan iletkenlik ölçer markası ya da hassasiyetinden kaynaklanan herhangi bir sıkıntının olmadığını göstermektedir.

• PROLİN

Prolin parametresi için 20 katılımcı sonuç bildirmiş, 17 katılımcının sonucu başarılı ($|z| \leq 2$ skor aralığında), 3 katılımcının sonucu başarısız ($|z| > 2$ skor aralığında) olarak değerlendirilmiştir. Bu parametre için başarı oranı % 85'tir.

Analizde IHC ve TS 13357 metotlarının ağırlıklı olarak kullanıldığı, katılımcıların yaklaşık yarısının analizde akredite olduğu görülmektedir.

• DİASTAZ SAYISI

Diastaz sayısı parametresi için 18 katılımcı sonuç bildirmiştir. 16 katılımcının skoru $|z'| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla bu parametre için başarılı z-skoru oranı ($\% |z'| \leq 2$) % 89'dur.

Diastaz sayısı analizinde kullanılan iki temel metot vardır: Phadebas ve Schade. Katılımcıların çok büyük kısmının Phadebas metodu kullandığı görülmektedir. Schade metodu kullandığını bildiren iki katılımcının uygun z-skoru aralığında sonuç üretmiş olmaları, metotlar arasında önemli farkın olmadığını göstermektedir. Katılımcıların % 72'sinin analizde akredite olduğu görülmektedir.

- **HMF**

HMF parametresi için 34 katılımcı sonuç bildirmiştir. 30 katılımcının skoru $|z| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla bu parametre için başarılı z-skoru oranı ($\% |z| \leq 2$) % 88'dir.

HMF analizinde hem kromatografik, hem spektrofotometrik yöntem kullanıldığı görülmektedir. 34 katılımcının 28'i analizi HPLC ile, 6'sı ise spektrofotometre ile gerçekleştirmektedir. Sonuçlar bir arada değerlendirildiğinde farklı tekniklerden kaynaklanan herhangi bir ayrışma görülmemektedir. Sonuçlar uyumlu olduğundan tüm veriler bir arada değerlendirilmiştir. Katılımcıların % 70'inin analizde akredite olduğu görülmektedir.

- **NAFTALİN**

Naftalin parametresi için 8 katılımcı sonuç bildirmiştir. Naftalin parametresi için sağlam istatistik yapılmaya uygun veri sayısı yetersiz olduğundan ($p \leq 12$), **YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ** uyarınca, atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır. Katılımcıların tamamının uygun z-skoru aralığında kaldığı görülmektedir.

Analizde kullanılan iki temel cihaz/teknik vardır: Headspace-GC/MS ve SPME-GC/MS. Katılımcıların büyük kısmının Headspace-GC/MS metodunu kullandıkları görülmektedir. 8 katılımcının 6'sı (% 75) analizde akredite olduğunu bildirmiştir.

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.