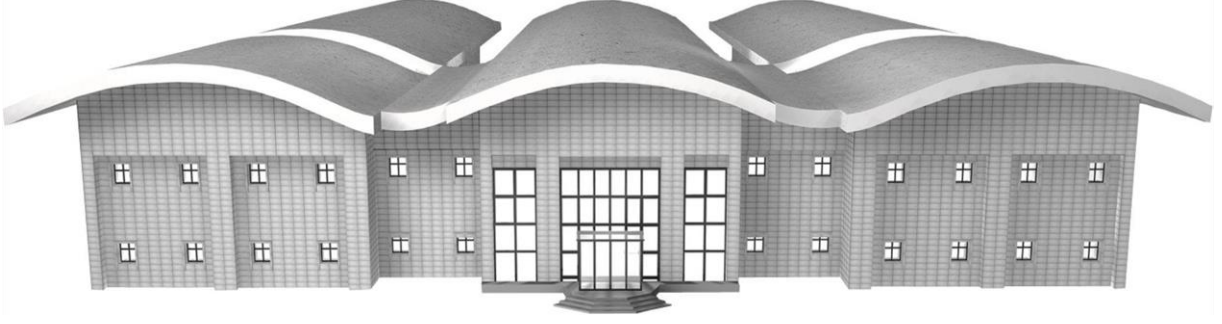




T.C.  
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI  
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Balda Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz Analizi**  
**UGRL YT Raporu - KOB007**  
**Ağustos-Ekim 2023**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrim Kodu ve Adı:** KOB007 - Balda Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz Analizi

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 15/08/2023

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 14/09/2023

**Rapor Yayın Tarihi:** 17/10/2023

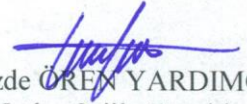
**Raporu Hazırlayan(lar):**



Şahin NAMLI  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş Böl.



Kübra ŞAHİN ÖZKAN  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş Böl.



Gözde ÖREN YARDIMCI  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş Böl.

**Çevrim Koordinatörü:**



Şahin NAMLI  
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü

**YT Koordinatörü:**



Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu

**Raporu Onaylayan:**



Dr. Berrin ŞENÖZ  
MÜDÜR

**YT Düzenleyici:** ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

**Tel.:** 0312 327 41 81

**Faks:** 0312 327 41 56

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

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

**İÇİNDEKİLER**

ÖZET .....	4
1. GİRİŞ .....	6
2. GİZLİLİK .....	6
3. TEST MATERYALİ .....	7
3.1. HAZIRLAMA.....	7
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	7
3.3. DAĞITIM .....	11
4. SONUÇLAR .....	11
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	11
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	11
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	12
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	12
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	13
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	25
7. GÖZLEMLER .....	29
8. REFERANSLAR .....	29

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Fruktoz Parametresi İçin z-Skorları Histogramı.....	21
Şekil 2. Glukoz Parametresi İçin z'-Skorları Histogramı.....	22
Şekil 3. Sakaroz Parametresi İçin z-Skorları Histogramı.....	23
Şekil 4. Maltoz İçin Çekirdek Yoğunluk Kestirimi Grafiği.....	24

**TABLolar**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti .....	5
Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme .....	8
Tablo 3. Kararlılık Testi Verileri ve Değerlendirme (ISO 13528:2022) (Fruktoz ve Glukoz).....	10
Tablo 4. Kararlılık Testi Verileri ve Değerlendirme (ISO 13528:2022) (Sakaroz ve Maltoz).....	10
Tablo 5. Özet İstatistik Değerlendirmesi.....	14
Tablo 6. Atanmış Değer, Atanmış Değerin Belirsizliği ve Yeterlilik Standart Sapması.....	14
Tablo 7. $ z  \leq 2$ ya da $ z'  \leq 2$ Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi.....	14
Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Fruktoz ve Glukoz).....	15
Tablo 9. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Sakaroz ve Maltoz).....	18
Tablo 10. Katılımcı Yorumları.....	25
Tablo 11. Katılımcı Analiz Bilgileri.....	25

## ÖZET

Balda Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043<sup>1</sup> esas alınmıştır.

- Çevrim için 28 adet kamu ve 32 adet özel gıda kontrol laboratuvarı olmak üzere toplam 60 laboratuvar başvuruda bulunmuştur. Başvuruda bulunan 60 katılımcıya, 15/08/2023 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 gram test materyali (süzme bal) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalini analiz ederek fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan KOB007 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 60 katılımcının 60’ı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528:2022 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, test materyalinde fruktoz, glukoz ve sakaroz parametreleri için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiştir.
- Fruktoz, glukoz ve sakaroz parametreleri için atanmış değer belirsizliği ( $u(X_{pt})$ ) belirlenerek, yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) ile karşılaştırılmış ve belirsizliğin ihmal edilip edilemeyeceği değerlendirilmiştir.  $u(X_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulu sağlanan fruktoz ve sakaroz parametreleri için belirsizlik ihmal edilmiş ve performans değerlendirmesinde atanmış değer belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir. Bu koşulun sağlanamadığı glukoz parametresi 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 ( $\sigma_{pt}$ ) değerlerinin belirlenmesinde fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz 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.
- Her bir katılımcı için; atanmış değer ( $X_{pt}$ ), yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) 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

sonular oklu mod oluřturduėundan, bu parametre iin performans deėerlendirmesi yapılmamıř, sonuların daėılımı bilgilendirme amalı olarak verilmiřtir.

- KOB007 Balda Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz Analizi Yeterlilik Testi sonuları zeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuları zeti

Analit/ Parametre	Atanmıř deėer ( $X_{pt}$ )	Birim	$ z \leq 2$   ya da $ z' \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$ ya da $ z' \leq 2$
Fruktoz	36,22	g/100g	49	59	83
Glukoz	29,93	g/100 g	44	59	75
Sakaroz	3,25	g/100 g	57	60	95
Maltoz <sup>1</sup>	-	g/100 g	-	-	-

<sup>1</sup> Maltoz parametresi iin sonular oklu mod oluřturduėundan atanmıř deėer belirlenememiř ve performans deėerlendirmesi yapılmamıřtır.

## 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” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği”nin kontroller başlıklı 28’ inci maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeronla verilebilir.

## 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 MATERYALI

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında yaklaşık 4,5 kg süzme bal kullanılmıştır. Balda fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri analiz edilmiş ve bu sonuçlara göre bala ilave edilecek analitlere ve miktarlara karar verilmiştir. Şeker analizinde balda % 1,0 oranında maltoz tespit edilmiştir. Buna göre, bala son konsantrasyon yaklaşık % 1,9 olacak şekilde maltoz ilave edilmiştir. Diğer parametreler balın yapısında bulunan miktarlarda bırakılmıştır. Maltoz 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 ellişer gram olacak şekilde aktararak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

#### 3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2022 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir.

Fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz analizi TS 13359 standardına göre Agilent marka HPLC-RID kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açılarından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. İstatistiksel değerlendirmede  $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz 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, fruktoz ve glukoz parametreleri için % 2 RSD, sakaroz ve maltoz parametreleri için % 11 RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri ilgili parametreler için yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) olarak kullanılmıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirmeler; fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri için Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme

Sıra no	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
1	35,52	35,49	29,31	29,20	3,57	3,67	1,90	1,88
2	35,61	35,45	29,26	29,24	3,61	3,52	1,93	1,85
3	35,41	35,14	29,01	29,03	3,54	3,49	1,86	1,82
4	35,30	35,60	29,03	29,08	3,55	3,61	1,92	1,97
5	35,20	35,44	28,91	29,05	3,67	3,57	1,90	1,84
6	35,36	35,47	29,04	29,20	3,52	3,65	1,86	1,88
7	35,44	35,36	29,00	28,97	3,51	3,59	1,77	1,88
8	35,09	35,32	29,05	29,07	3,53	3,52	1,90	1,80
9	35,27	35,69	29,3	29,23	3,54	3,66	1,82	1,90
10	35,49	35,71	29,28	29,62	3,52	3,66	1,84	1,92
11	35,30	35,79	29,08	29,54	3,54	3,52	1,83	1,87
12	35,53	35,71	29,43	29,42	3,57	3,58	1,85	1,88
<b>Ortalama</b>	35,45		29,18		3,57		1,87	
$\sigma_{pt}$	0,72		0,60		0,36		0,21	
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik deęer)</b>	<b>0,22</b>		<b>0,18</b>		<b>0,11</b>		<b>0,06</b>	
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,13		0,17		0,04		0,05	
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,18		0,13		0,06		0,03	
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	<b>0,00</b>		<b>0,14</b>		<b>0,04</b>		<b>0,00</b>	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	



Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528:2022 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası olmak üzere toplam iki farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528:2022 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, yukarıda belirtilen zamanda iki tekrarlı olarak analiz edilen üçer örnekten elde edilen sonuçların ortalaması ( $y_1$ ) ile homojenlik testi verilerinden seçilen üç örneğe ait iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması ( $y_X$ ) arasındaki farka bakılmış ve  $|y_1 - y_X| \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. ISO 13528:2022 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen bu kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme fruktoz ve glukoz parametreleri için Tablo 3'te, sakaroz ve maltoz parametreleri için Tablo 4'te verilmektedir.

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528:2022) (Fruktoz ve Glukoz)

	Fruktoz ( g / 100 g)							Glukoz ( g / 100 g)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ y1 - yX $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	$ y1 - yX  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ y1 - yX $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	$ y1 - yX  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	35,61	35,45						29,26	29,24					
Gönderimi	35,20	35,44	35,42	---	---	---	---	28,91	29,05	29,07	---	---	---	---
Öncesi	35,44	35,36						29,00	28,97					
Sonuç Son	35,17	35,23						28,83	28,94					
Bildirim	35,63	35,51	35,56	<b>0,15</b>	0,72	<b>0,22</b>	<b>GEÇER</b>	29,41	29,16	29,11	<b>0,04</b>	0,60	<b>0,18</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	35,98	35,86						29,16	29,17					

**Tablo 4.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (ISO 13528:2022) (Sakaroz ve Maltoz)

	Sakaroz ( g / 100 g)							Maltoz ( g / 100 g)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ y1 - yX $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	$ y1 - yX  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ y1 - yX $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	$ y1 - yX  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	3,61	3,52						1,93	1,85					
Gönderimi	3,67	3,57	3,58	---	---	---	---	1,90	1,84	1,86	---	---	---	---
Öncesi	3,51	3,59						1,77	1,88					
Sonuç Son	3,52	3,49						1,93	1,88					
Bildirim	3,59	3,70	3,59	<b>0,01</b>	0,36	<b>0,11</b>	<b>GEÇER</b>	1,95	1,86	1,90	<b>0,04</b>	0,24	<b>0,07</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	3,57	3,67						1,90	1,87					

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (süzme bal), 60 katılımcı laboratuvara 15/08/2023 tarihinde eş zamanlı olarak kargo yolu ile 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 oda sıcaklığında muhafaza etmeleri bildirilmiştir.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki KOB007 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’nu kullanarak glukoz, fruktoz, sakaroz ve maltoz 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 14/09/2023 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 60 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değerin 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 (Q-Q grafiği, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapılmıştır. Değerlendirmeler sonucunda, maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçların çoklu mod oluşturduğu ve bu parametre için atanmış değer belirlenemeyeceği görülmüştür. Diğer parametreler için tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde glukoz, fruktoz ve sakaroz parametreleri için için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır<sup>2</sup>. Katılımcı sonuçları üzerinden Q/Hampel’a göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.<sup>3,4</sup>

Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiştir.

Her bir parametre için atanmış değerin belirsizliği  $u(X_{pt})$ , yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) 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; fruktoz ve sakaroz parametreleri için atanmış değerin belirsizliğinin ihmal edilebilecek kadar küçük olduğu tespit edilmiş ve bu parametreler için z skoru hesaplanmış; glukoz parametresi 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 ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında fruktoz, glukoz ve sakaroz 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, fruktoz ve glukoz parametreleri için % 2 RSD, sakaroz parametresi için % 11 RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerleri ilgili parametreler için yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) olarak kullanılmıştır.

## 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528:2022 Standardı<sup>2</sup> ile uyumlu olarak z-skoru ya da z' skoru cinsinden ifade edilmiştir. Atanmış değerin belirsizliğinin ( $u(X_{pt})$ ), yeterlilik standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) oranla ihmal edilecek kadar küçük olduğu ( $u(X_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$ ) tespit edilen fruktoz ve sakaroz parametreleri için z skoru aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

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

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

Atanmış değerin belirsizliğinin ( $u(X_{pt})$ ), yeterlilik testi standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) oranla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu ( $u(X_{pt}) > 0,3\sigma_{pt}$ ) tespit edilen glukoz parametresi için aşağıdaki formüle göre atanmış değerin 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

$\sigma_{pt}$ : 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

Katılımcı laboratuvar test materyalinde var olan analiti tespit edememiş ve ölçüm limiti (LOQ) -2,0 z skoruna karşılık gelen değerden düşük ise; o laboratuvara ait sonuç laboratuvar tarafından bildirilen ölçüm limiti (LOQ) olarak değerlendirilmiş ve buna göre z skoru hesaplanmıştır.

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

Fruktoz, glukoz, sakaroz ve maltoz parametreleri için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 5'te verilmektedir.

Tüm parametreler için atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması değerleri Tablo 6'da,  $|z| \leq 2$  ya da  $|z'| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 7'de verilmektedir.

Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte fruktoz ve glukoz parametreleri için Tablo 8'de; sakaroz ve maltoz parametreleri için Tablo 9'da özetlenmektedir. Maltoz parametresi için performans değerlendirmesi yapılmadığından ilgili tabloda bu parametre için sadece katılımcı sonuçları verilmiştir.

z-skorları histogramları fruktoz parametresi için Şekil 1'de, glukoz parametresi için Şekil 2'de, sakaroz parametresi için Şekil 3'te verilmektedir. Maltoz parametresi için performans değerlendirmesi yapılmadığından, bu parametre için bilgilendirme amaçlı olarak katılımcı sonuçlarının dağılımını gösteren çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği Şekil 4'te verilmektedir.

Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 10'da verilmektedir.

**Tablo 5.** Özet İstatistik Değerlendirmesi

	<b>Fruktoz (g/100 g)</b>	<b>Glukoz (g/100 g)</b>	<b>Sakaroz (g/100 g)</b>	<b>Maltoz* (g/100 g)</b>
<b>Sonuç sayısı</b>	59	59	60	43
<b>Sonuç aralığı</b>	33,11 - 44,73	26,64 - 36,1	2,38 - 6,05	1,41 - 3,41
<b>Sonuçların ortancası</b>	36,30	29,97	3,30	2,14
<b>Sonuçların ortalaması</b>	36,43	30,20	3,24	2,24
<b>Atanmış değer</b>	<b>36,22</b>	<b>29,93</b>	<b>3,25</b>	
<b>Sağlam standart sapma</b>	0,79	1,22	0,26	
<b>  z   ≤ 2 ya da   z'   ≤ 2 sonuç sayısı</b>	49	44	57	
<b>  z   &gt; 2 ya da   z'   &gt; 2 sonuç sayısı</b>	10	15	3	

\*Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiş ve performans değerlendirilmesi yapılmamıştır. Özet istatistik bilgilendirme amaçlı verilmektedir.

**Tablo 6.** Atanmış Değer, Atanmış Değerin Belirsizliği ve Yeterlilik Standart Sapması

<b>Analit/ Parametre</b>	<b>Veri sayısı (n)</b>	<b>Atanmış değer (X<sub>pt</sub>)</b>	<b>Belirsizlik (u(X<sub>pt</sub>))</b>	<b>Yeterlilik standart sapması (σ<sub>pt</sub>)</b>	<b>Birim</b>
Fruktoz	59	36,22	0,13	0,72	g/100g
Glukoz	59	29,93	0,20	0,60	g/100 g
Sakaroz	59	3,25	0,04	0,36	g/100 g
Maltoz*	43	-	-	-	g/100 g

\*Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiştir.

**Tablo 7.** | z | ≤ 2 ya da | z' | ≤ 2 Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi

<b>Analit/ Parametre</b>	<b>Atanmış değer (X<sub>pt</sub>)</b>	<b>Birim</b>	<b> z ≤2   ya da  z' ≤2 skor sayısı</b>	<b>Toplam skor sayısı</b>	<b>%  z ≤2 ya da  z' ≤2</b>
Fruktoz	36,22	g/100g	49	59	83
Glukoz	29,93	g/100 g	44	59	75
Sakaroz	3,25	g/100 g	57	60	95
Maltoz*	2,22	g/100 g			

\* Maltoz parametresi için sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiş ve performans değerlendirilmesi yapılmamıştır.

Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Fruktoz ve Glukoz)

Lab Kodu	Fruktoz				Glukoz			
	Atanmış Değer	36,22 g / 100 g			Atanmış Değer	29,93 g / 100g		
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z'-skoru*
01	36,3	0,05	HPLC-RID	0,1	29	0,05	HPLC-RID	-1,5
02	36,73	0,05	HPLC-RID	0,7	29,81	0,05	HPLC-RID	-0,2
03	36,45	0,14	HPLC-RID	0,3	29,28	0,09	HPLC-RID	-1,0
04	36,08	Belirtilmedi	HPLC-RID	-0,2	30	Belirtilmedi	HPLC-RID	0,1
05	36,387	0,396	HPLC-RID	0,2	27,498	0,239	HPLC-RID	<b>-3,9</b>
06	41,9	4,21	HPLC-RID	<b>7,8</b>	35,6	4,43	HPLC-RID	<b>9,0</b>
07	38,76	5	HPLC-RID	<b>3,5</b>	29,47	5	HPLC-RID	-0,7
08	37,06	Belirtilmedi	HPLC-RID	1,2	28,4	Belirtilmedi	HPLC-RID	<b>-2,4</b>
09	37,218	1	HPLC-RID	1,4	30,053	1	HPLC-RID	0,2
10	37,36	2,13	HPLC-RID	1,6	28,94	2,13	HPLC-RID	-1,6
11	33,11	Belirtilmedi	HPLC-RID	<b>-4,3</b>	31	Belirtilmedi	HPLC-RID	1,7
12	39,53	0,191	HPLC-RID	<b>4,6</b>	30,31	0,07	HPLC-RID	0,6
13	35,89	0,45	HPLC-RID	-0,5	29,09	0,44	HPLC-RID	-1,3
14	36,69	0,5	HPLC-RID	0,7	30,88	0,5	HPLC-RID	1,5
15	36,06	0,1	HPLC-RID	-0,2	27,4	0,2	HPLC-RID	<b>-4,0</b>
16	36,24	0,91	HPLC-RID	0,0	31,16	0,96	HPLC-RID	2,0
17	35,71	2,19	HPLC-RID	-0,7	30,28	2,14	HPLC-RID	0,6
18	35,85	0,5	HPLC-RID	-0,5	29,67	0,5	HPLC-RID	-0,4
19	36,24	0,31	HPLC-RID	0,0	28,75	0,29	HPLC-RID	-1,9
20	33,47	0,5	HPLC-RID	<b>-3,8</b>	31,5	0,5	HPLC-RID	<b>2,5</b>
21	36,7	3	HPLC-RID	0,7	29,58	4,3	HPLC-RID	-0,6
22	36,84	7,3	HPLC-RID	0,9	31,66	8,2	HPLC-RID	<b>2,7</b>
23	36,04	1	HPLC-RID	-0,2	31,17	1	HPLC-RID	2,0
24	36,38	0,5	HPLC-RID	0,2	29,97	0,5	HPLC-RID	0,1
25	36,1	2,5	HPLC-RID	-0,2	30,12	5	HPLC-RID	0,3

Tablo 8 (devamı). Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Fruktoz ve Glukoz)

Lab Kodu	Fruktoz				Glukoz			
	Atanmış Değer	36,22 g/100 g			Atanmış Değer	29,93 g/100g		
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z'-skoru*
26	37,83	0,08	HPLC-RID	2,2	31,22	0,19	HPLC-RID	2,0
27	35	Belirtilmedi	HPLC-RID	-1,7	30,8	Belirtilmedi	HPLC-RID	1,4
28	36,35	13,04	HPLC-RID	0,2	29,55	11,91	HPLC-RID	-0,6
29	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
30	36,54	0,11	HPLC-RID	0,4	30,12	0,14	HPLC-RID	0,3
31	33,63	Belirtilmedi	HPLC-RID	-3,6	31,29	Belirtilmedi	HPLC-RID	2,2
32	36,78	0,67	HPLC-RID	0,8	30,22	0,74	HPLC-RID	0,5
33	35,77	3,5	HPLC-RID	-0,6	30,89	4,1	HPLC-RID	1,5
34	36,01	0,2	HPLC-RID	-0,3	29,85	0,2	HPLC-RID	-0,1
35	34,3	0,99	HPLC-RID	-2,6	28,91	0,94	HPLC-RID	-1,6
36	36,87	Belirtilmedi	HPLC-RID	0,9	29,3	Belirtilmedi	HPLC-RID	-1,0
37	36,13	2,0762	HPLC-RID	-0,1	28,99	2,6169	HPLC-RID	-1,5
38	36,36	1	HPLC-RID	0,2	30,56	1	HPLC-RID	1,0
39	36,37	0,8	HPLC-RID	0,2	30,07	0,82	HPLC-RID	0,2
40	35,35	0,034	HPLC-RID	-1,2	31,38	0,025	HPLC-RID	2,3
41	35,38	0,52	HPLC-RID	-1,2	26,64	2,79	HPLC-RID	-5,2
42	36,3	0,2	HPLC-RID	0,1	30,62	0,2	HPLC-RID	1,1
43	35,2	2,2	HPLC-RID	-1,4	29,16	2,4	HPLC-RID	-1,2
44	36,84	0,4	HPLC-RID	0,9	29,44	0,15	HPLC-RID	-0,8
45	37,86	2	HPLC-RID	2,3	28,27	2	HPLC-RID	-2,6
46	35,95	0,783	HPLC-RID	-0,4	29,88	0,798	HPLC-RID	-0,1
47	36,55	0,92	HPLC-RID	0,5	29,49	0,97	HPLC-RID	-0,7
48	35,6	1	HPLC-RID	-0,9	29,4	1	HPLC-RID	-0,8
49	35,99	0,5	HPLC-RID	-0,3	30	0,8	HPLC-RID	0,1
50	36,01	0,09	HPLC-RID	-0,3	29,86	0,09	HPLC-RID	-0,1



Tablo 8 (devamı). Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Fruktoz ve Glukoz)

Lab Kodu	Fruktoz				Glukoz			
	Atanmış Değer	36,22 g / 100 g			Atanmış Değer	29,93 g / 100g		
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z'-skoru*
51	36,72	1,04	HPLC-RID	0,7	31,13	1,44	HPLC-RID	1,9
52	36,59	5,62	HPLC-RID	0,5	31,94	7,68	HPLC-RID	3,2
53	35,55	0,0173	HPLC-RID	-0,9	27,77	0,0135	HPLC-RID	-3,4
54	35,3	1	HPLC-RID	-1,3	29,95	1	HPLC-RID	0,0
55	36,3	Belirtilmedi	HPLC-RID	0,1	30,22	Belirtilmedi	HPLC-RID	0,5
56	44,73	0,5	HPLC-RID	11,8	34,53	0,5	HPLC-RID	7,3
57	35,9	2	HPLC-RID	-0,4	36,1	2	HPLC-RID	9,8
58	36,47	0,51	HPLC-RID	0,3	34,35	0,61	HPLC-RID	7,0
59	36	0,5	HPLC-RID	-0,3	29,6	0,5	HPLC-RID	-0,5
60	35,92	1,27	HPLC-RID	-0,4	29,67	1,16	HPLC-RID	-0,4

\*( $|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Tablo 9. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (Sakaroz ve Maltoz)

Lab Kodu	Sakaroz				Maltoz			
	Atanmış Değer	3,25 g / 100 g			Atanmış Değer			
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*
01	3,59	0,05	HPLC-RID	1,0	3,4	0,05	HPLC-RID	-
02	3,33	0,05	HPLC-RID	0,2	2,22	0,05	HPLC-RID	-
03	3,34	0,14	HPLC-RID	0,3	2,74	0,09	HPLC-RID	-
04	3,31	Belirtilmedi	HPLC-RID	0,2	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
05	3,317	0,022	HPLC-RID	0,2	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
06	6,05	0,81	HPLC-RID	7,8	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
07	3,02	1	HPLC-RID	-0,6	2,59	1	HPLC-RID	-
08	2,38	Belirtilmedi	HPLC-RID	-2,4	1,95	Belirtilmedi	HPLC-RID	-
09	3,35	1	HPLC-RID	0,3	2,65	1	HPLC-RID	-
10	2,86	1,75	HPLC-RID	-1,1	2,03	0,13	HPLC-RID	-
11	3,95	Belirtilmedi	HPLC-RID	2,0	3,31	Belirtilmedi	HPLC-RID	-
12	3,05	0,115	HPLC-RID	-0,6	1,47	0,113	HPLC-RID	-
13	3,84	0,29	HPLC-RID	1,7	3,41	0,44	HPLC-RID	-
14	3,27	0,5	HPLC-RID	0,1	2,24	0,5	HPLC-RID	-
15	3,87	0,14	HPLC-RID	1,7	2,55	0,22	HPLC-RID	-
16	3,06	0,9	HPLC-RID	-0,5	1,63	1,05	HPLC-RID	-
17	3,79	2,15	HPLC-RID	1,5	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
18	3,23	0,5	HPLC-RID	-0,1	1,62	1	HPLC-RID	-
19	3,38	0,36	HPLC-RID	0,4	2,72	0,22	HPLC-RID	-
20	3,27	0,5	HPLC-RID	0,1	1,98	0,5	HPLC-RID	-
21	3,34	0,8	HPLC-RID	0,3	2,66	1	HPLC-RID	-
22	3,41	1,7	HPLC-RID	0,5	2,02	1,3	HPLC-RID	-
23	3,12	1	HPLC-RID	-0,4	1,41	1	HPLC-RID	-
24	3,3	0,1	HPLC-RID	0,1	1,75	0,1	HPLC-RID	-
25	3,01	0,5	HPLC-RID	-0,7	1,98	0,5	HPLC-RID	-

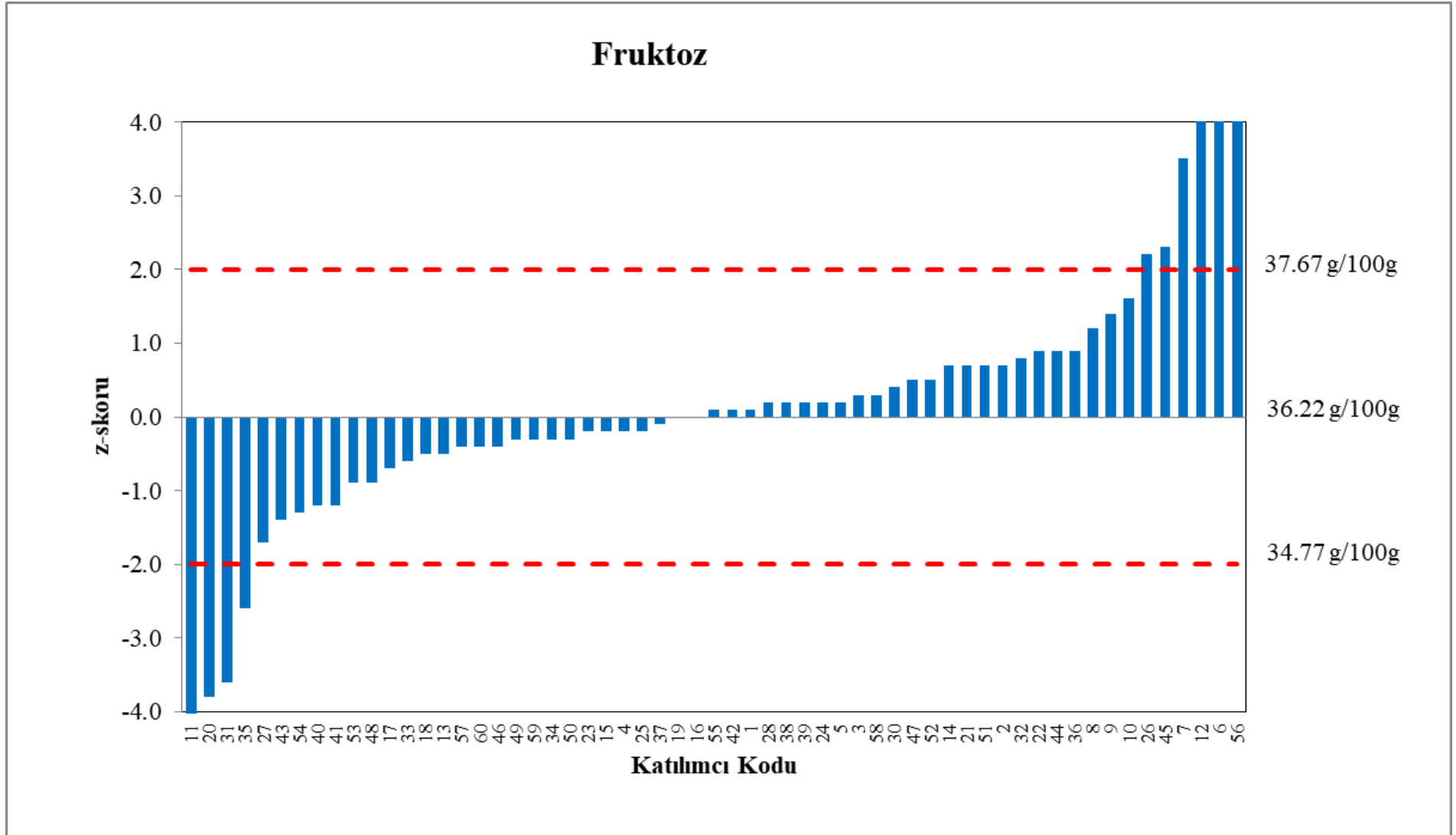
Tablo 9 (devamı). Katılımcı Sonuçları ve z-skorumları (Sakaroz ve Maltoz)

Lab Kodu	Sakaroz				Maltoz			
	Atanmış Değer	3,25 g / 100 g			Atanmış Değer	-		
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skoru*
26	3,44	0,1	HPLC-RID	0,5	2,81	0,3	HPLC-RID	-
27	3,5	0,5	HPLC-RID	0,7	2	0,5	HPLC-RID	-
28	3,6	1,3	HPLC-RID	1,0	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
29	3	0,2	Titrimetrik	-0,7	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
30	3,06	0,11	HPLC-RID	-0,5	1,84	0,12	HPLC-RID	-
31	3,21	Belirtilmedi	HPLC-RID	-0,1	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
32	3,09	0,31	HPLC-RID	-0,4	Tespit Edilemedi	2,95	HPLC-RID	-
33	3,22	1	HPLC-RID	-0,1	2,38	1	HPLC-RID	-
34	3,37	0,2	HPLC-RID	0,3	2,34	0,12	HPLC-RID	-
35	3,01	0,66	HPLC-RID	-0,7	2,74	0,93	HPLC-RID	-
36	3,02	Belirtilmedi	HPLC-RID	-0,6	2,04	Belirtilmedi	HPLC-RID	-
37	2,88	Belirtilmedi	HPLC-RID	-1,0	2,54	Belirtilmedi	HPLC-RID	-
38	3,45	1	HPLC-RID	0,6	1,95	1	HPLC-RID	-
39	3,35	0,27	HPLC-RID	0,3	1,65	0,25	HPLC-RID	-
40	3,24	0,022211	HPLC-RID	0,0	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
41	3,19	0,22	HPLC-RID	-0,2	1,49	0,38	HPLC-RID	-
42	3	0,2	HPLC-RID	-0,7	1,9	0,2	HPLC-RID	-
43	3,06	2,8	HPLC-RID	-0,5	Tespit Edilemedi	2,8	HPLC-RID	-
44	3,53	0,46	HPLC-RID	0,8	2,31	0,34	HPLC-RID	-
45	3,29	2	HPLC-RID	0,1	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
46	3,12	0,773	HPLC-RID	-0,4	1,98	0,78	HPLC-RID	-
47	3,48	0,95	HPLC-RID	0,6	2,7	1	HPLC-RID	-
48	3,2	1	HPLC-RID	-0,1	2,5	1	HPLC-RID	-
49	3,17	0,6	HPLC-RID	-0,2	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
50	3,16	0,07	HPLC-RID	-0,2	2,38	0,07	HPLC-RID	-

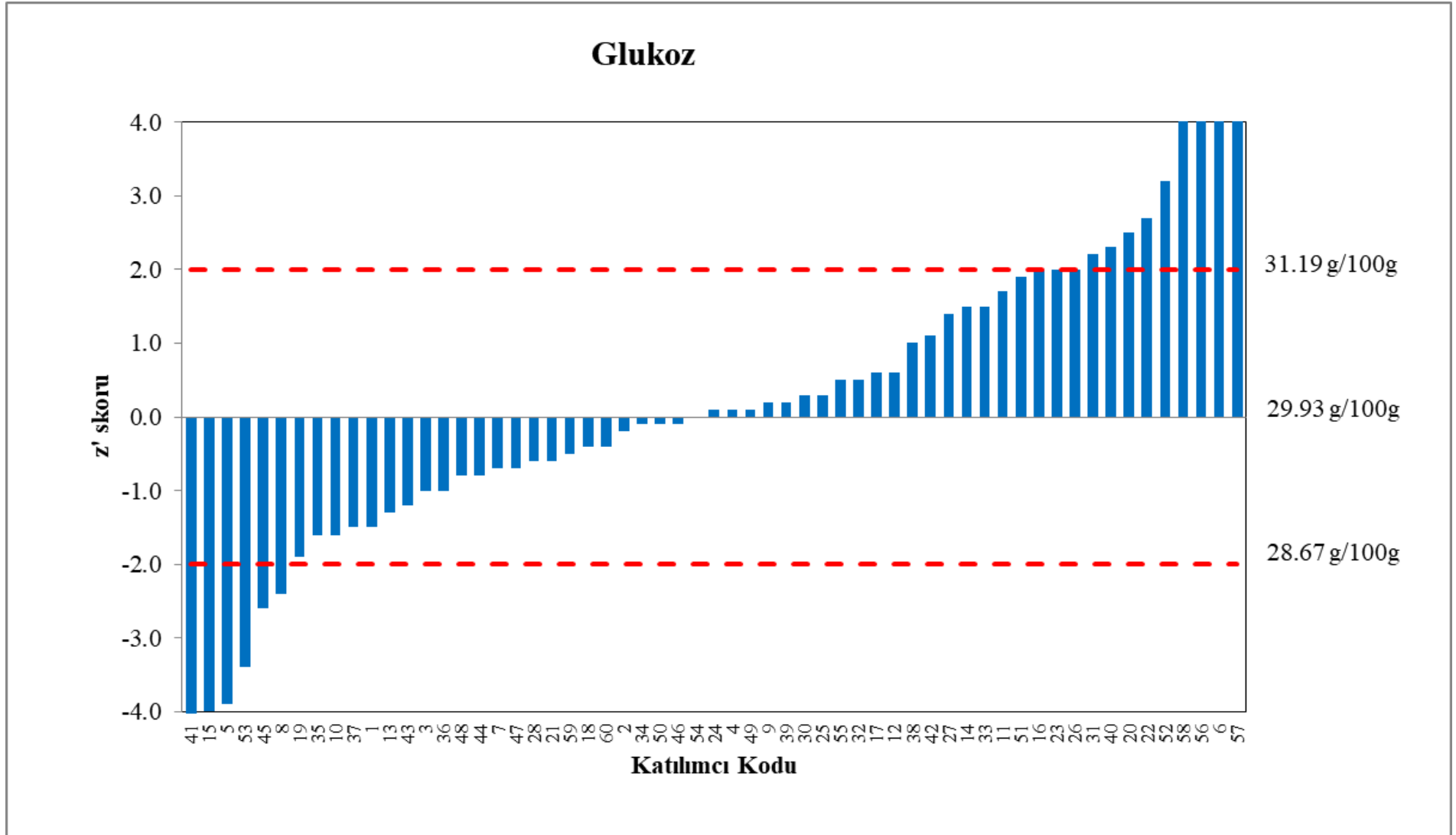
Tablo 9 (devamı). Katılımcı Sonuçları ve z-skorumları (Sakaroz ve Maltoz)

Lab Kodu	Sakaroz				Maltoz			
	Atanmış Değer	3,25 g / 100 g			Atanmış Değer	-		
	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skorum*	Sonuç (g / 100g)	LOQ (g / 100g)	Kullanılan cihaz/teknik	z-skorum*
51	3,36	0,33	HPLC-RID	0,3	2,14	0,08	HPLC-RID	-
52	3,08	0,55	HPLC-RID	-0,5	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
53	2,98	0,0294	HPLC-RID	-0,8	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
54	3,2	1	HPLC-RID	-0,1	2,74	1	HPLC-RID	-
55	3,08	Belirtilmedi	HPLC-RID	-0,5	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
56	3,6	0,5	HPLC-RID	1,0	1,72	0,5	HPLC-RID	-
57	Tespit Edilemedi	2	HPLC-RID	<b>-3,5</b>	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
58	2,83	0,27	HPLC-RID	-1,2	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-	-
59	3	0,5	HPLC-RID	-0,7	2	0,5	HPLC-RID	-
60	3,55	1,44	HPLC-RID	0,8	2,02	1,5	HPLC-RID	-

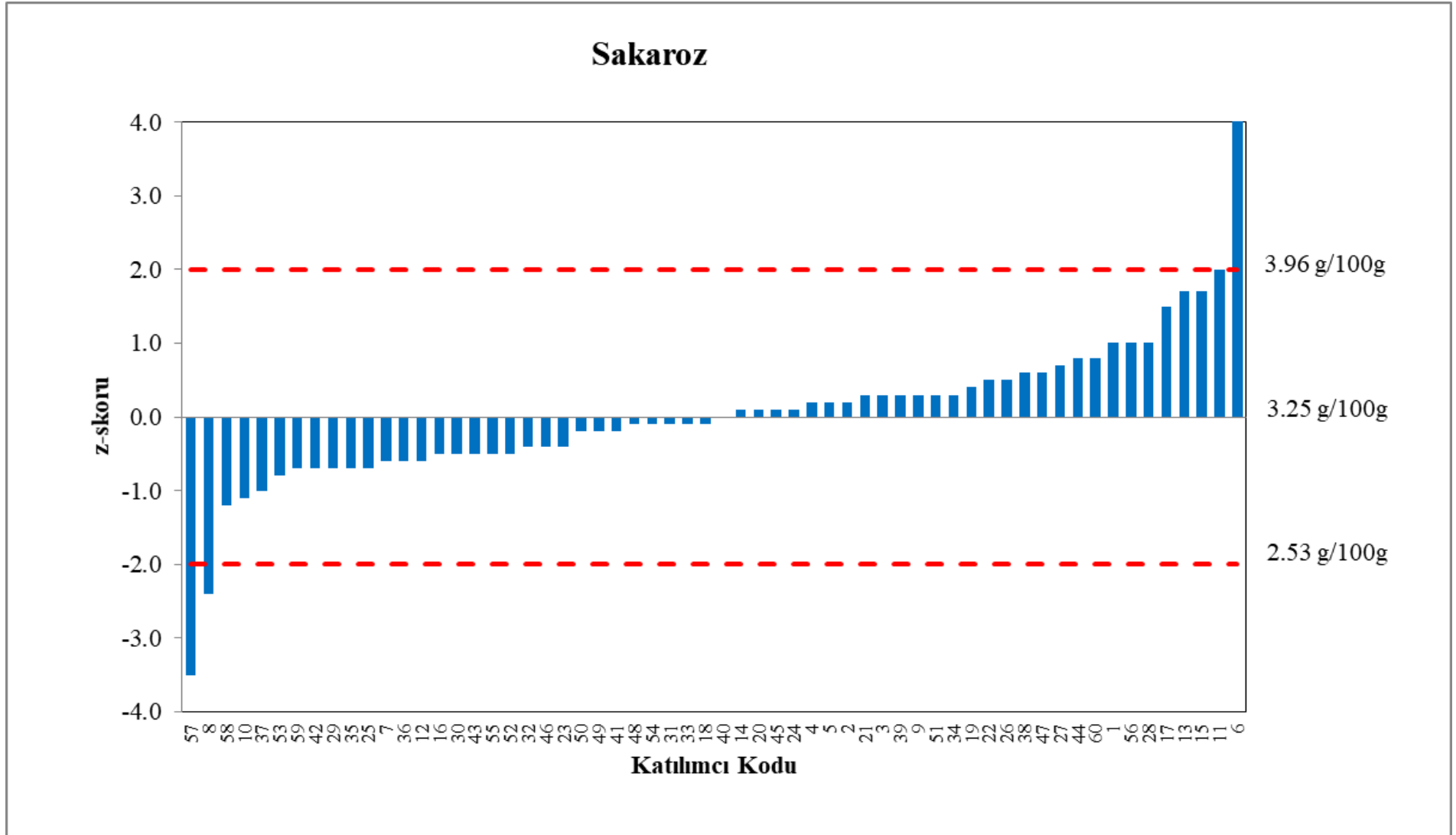
\*( $|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)



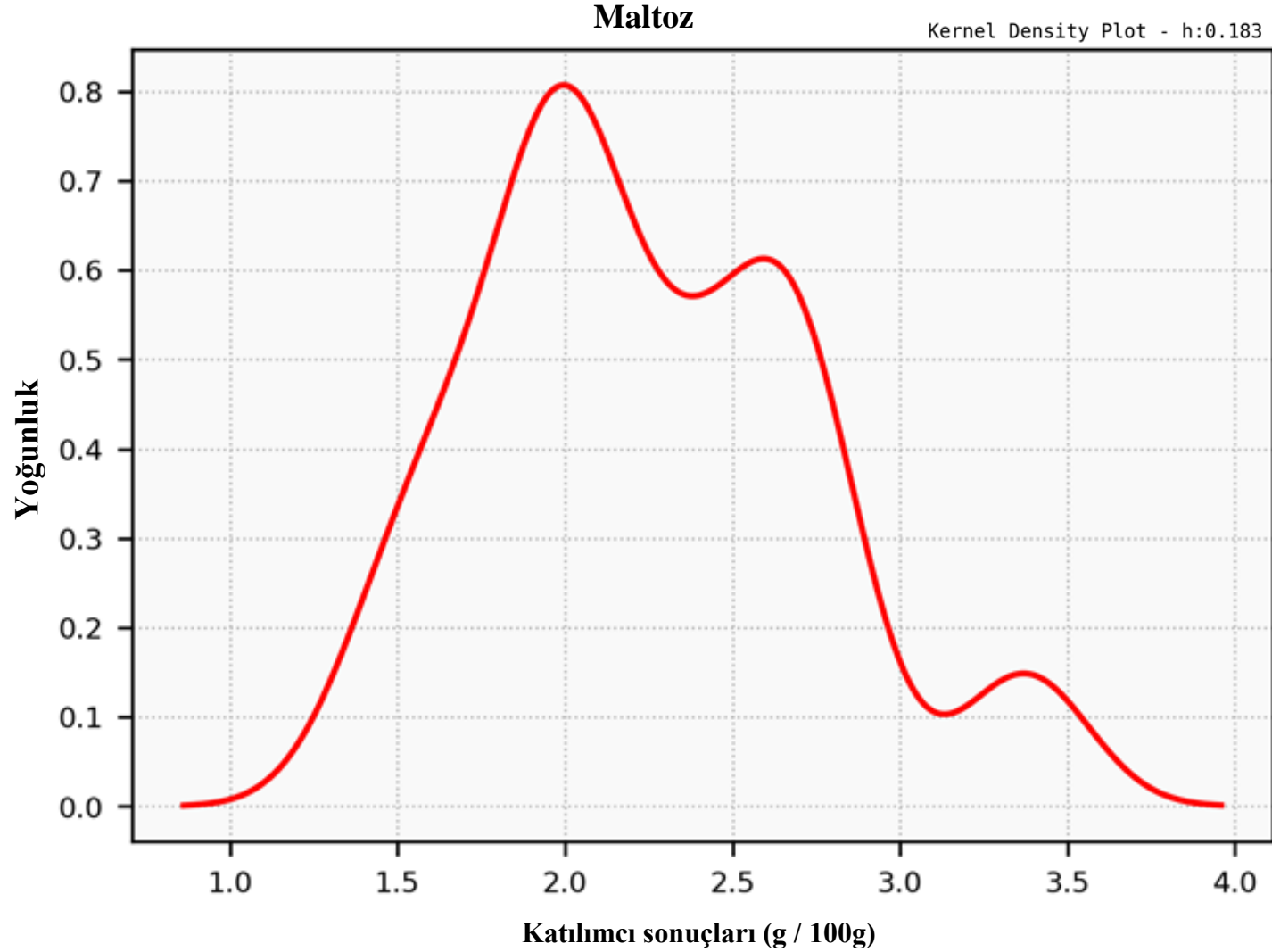
Şekil 1. Fruktoz parametresi için z-skorumları histogramı



Şekil 2. Glukoz parametresi için z'-skorları histogramı



Şekil 3. Sakaroz parametresi için z-skorları histogramı



**Şekil 4.** Maltoz parametresi için çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği (*Maltoz parametresi için performans değerlendirmesi yapılmadığından, bu parametre için bilgilendirme amaçlı olarak katılımcı sonuçlarının dağılımını gösteren çekirdek yoğunluk kestirimi grafiği verilmiştir.*)



**Tablo 10.** Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
03	Test materyali miktarı 50 g olarak belirtilmiş fakat miktarı 50 g dan eksik. Materyal miktarı daha fazla gönderilirse yetkilendirme ve kalite kontrol çalışmalarında da kullanabiliriz.
21	Öncelikle çalışmalarınızda kolaylıklar dilerim . Birim olarak numune geldiğinde örnek miktarına numune kabının uygun olmadığını gördük . Bal şekerlenmiş bir şekilde kabin etrafına yayılmıştı. Numune miktarına göre kap fazla büyüktü. Çalışmaları yaparken farklı sonuçlar elde ettik analizi daha fazla tekrarlama gereği duyduk. Bunun sebebinin homojen örnek olmamasından kaynaklandığını düşünüyoruz.
44	Numune miktarının en az 100 g olacak şekilde artırılması talep edilmektedir.

\*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 11’de sunulmaktadır. Bazı yanıtlar netlik sağlamak amacıyla birleştirilmiş veya düzenlenmiş olabilir.

**Tablo 11.** Katılımcı analiz bilgileri

Tüm şekerler (fruktoz, glukoz, sakaroz, maltoz) aynı metotla analiz edilmektedir	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60
Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
AOAC 977.20	02 14 18 19 20 24 26 27 38 44 55 59 60
AOAC 980.13	07 12 15 16 17 23 43
AOAC 980.13, AOAC 997.20, TS EN 12630	56
Determination of Sugars in Food Products using HPLC	09
International Honey Commission	31 51 52
International Honey Commission 2002	08
International Honey Commission 2009	13 33 37 45 57
İşletmeiçi metot AOAC 980.13	35
TS 13359	04 10 21 22 28 30 32 34 36 40 41 46 48 49 50 58
TS 13359, IHC Bölüm 7.2	54
Bildirilmedi	01 03 05 06 11 25 29 39 42 47 53

Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	02 03 09 11 13 14 17 18 19 20 22 24 25 26 27 28 32 33 34 35 37 41 42 43 45 47 48 51 52 53 54 55 56 57 59 60
Hayır	01 04 05 06 07 08 10 12 15 16 21 23 30 31 36 38 39 40 44 46 49 50 58
Bildirilmedi	29

Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
HPLC-RID	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60
Titrimetrik	29

Alınan numune miktarı (g ya da ml):	Laboratuvar Kodu
≥1-<2	15 19 20 38 60
≥2-<5	03 04 06 07 08 09 10 11 17 21 36 42 43 46 58
≥5-<10	01 02 05 12 13 14 16 18 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 37 39 40 41 44 45 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 59
Belirtilmedi	29

HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Asetonitril:Su	59
Ortam sıcaklığı	11
Soğuk su ekstraksiyonu	03 06 07 08 09 10 15 16 19 22 24 28 34 37 41 43 44 46 50 51 52 57
Solvent ekstraksiyonu	02 05 12 14 17 20 21 25 26 27 31 32 33 35 36 38 40 42 47 48 49 53 54 56
Sıcak su ekstraksiyonu	23 45 55 60
Sıcak su ve metanol ekstraksiyonu	13
Su:Metanol	01
Su:Metanol (75:25)	58
Yapılmıyor	04
Bildirilmedi	18 30 39

İç standart kullanıldı mı?	Laboratuvar kodu
Evet	04 06 58
Hayır	01 02 03 05 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 59 60
Belirtilmedi	21 22

Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
Karbonhidrat kolonu	06 07 11 15 16 18 21 27 32 36 43 44 55
NH2	01 02 03 04 05 08 09 10 12 13 14 17 19 20 22 23 24 25 26 28 30 31 33 34 35 37 38 39 40 41 42 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 56 57 58 59 60

Enjeksiyon hacmi (µL):	Laboratuvar Kodu
<5	08 35
≥5-<10	37 47 55
≥10-<25	01 02 03 04 05 07 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 36 38 39 40 41 42 43 44 45 46 48 49 50 51 52 53 54 57 58 59 60
≥25-<50	06 23
≥50-<100	56

Kolon sıcaklığı (°C):	Laboratuvar Kodu
≥20-<50	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60
≥50	19 31

Mobil faz bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Asetonitril	11 42 43
Asetonitril:Su	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 13 14 15 16 17 18 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 59 60
Metanol:Su	12
Su	19 58

Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 06 07 09 11 13 14 15 16 17 18 20 21 22 24 25 26 27 28 30 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 54 55 56 57 58 59 60
Hayır (Gradient)	05 08 10 12 19 31 53
Bildirilmedi	23

Kullanılan standartların markası:	Laboratuvar kodu
Alfa Aesar	06 52
CARLO ERBA	46
Dr.Ehrenstorter	12 17 45
Fluka	07
Merck	02 04 05 10* 13 14 15 19 28 30 36 39 40 41 42 43 47 49 50 51 53 55 56 57 58
Sigma/Aldrich	01 03 08 09 11** 16 18 20 21 22 23 24 25 26 27 32 33 34 35 37 38 44 48 54 59 60
Bildirilmedi	29 31

\*10 laboratuvar kodlu katılımcı ayrıca Sigma marka standart kullandığını belirtmiştir.

\*\*11 laboratuvar kodlu katılımcı ayrıca Fruktoz için Merck, Glukoz için SRL marka standart kullandığını belirtmiştir.

Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar kodu
Evet	03 05 07 17 25 44 51 52 54 57 60
Hayır	01 02 04 06 08 09 10 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 26 27 28 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 53 55 56 58 59
Bildirilmedi	29

## 7. GÖZLEMLER

28 adet kamu, 32 adet özel gıda kontrol laboratuvarı olmak üzere toplam 60 katılımcının başvurusuyla gerçekleştirilen “KOB007 Balda Fruktoz, Glukoz, Sakaroz, Maltoz Analizi Yeterlilik Testi”, tüm katılımcıların sonuç bildirmesiyle tamamlanmıştır.

Çevrim dahilinde yer alan tüm parametrelerin katılımcı laboratuvarların hepsinin analiz kapsamında olmaması nedeniyle, parametreler için bildirilen sonuç sayıları farklı olmuştur. Fruktoz, glukoz ve sakaroz için verilen sonuç sayısının diğer parametrelere göre yüksek olması, bu parametrelerin daha fazla laboratuvar tarafından analiz edildiğini göstermektedir.

Şeker analizinde, fruktoz ve glukoz parametreleri için 59, sakaroz parametresi için 60, maltoz parametresi için ise 43 katılımcı sonuç bildirmiştir. Maltoz parametresi için, 22 Nisan 2020 tarihinde güncellenen TGK Bal Tebliği’nde % 4 üst sınırı yer almaktadır. Bu nedenle, bal analizleri yapan laboratuvarların maltoz parametresini de kapsamalarına ilave etmeleri gerekmektedir.

Fruktoz için 49, glukoz için 44, sakaroz için 57 katılımcının sonucu uygun z-skoru aralığındadır. Buna göre, başarılı z-skoru oranları fruktoz için % 83, glukoz için % 75, sakaroz için % 95’tir. Şekerler arasında en düşük başarı glukoz parametresinde görülmektedir. Maltoz parametresi için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar çoklu mod oluşturduğundan atanmış değer belirlenememiş ve bu nedenle performans değerlendirmesi yapılamamıştır.

Şeker analiz metotlarına bakıldığında, katılımcıların biri hariç tamamının şekerleri tek bir metotla analiz ettiği, analizleri HPLC-RID ile yapıldığı görülmektedir. Bir katılımcı sadece sakaroz analizi için katılım sağlamış ve bu analiz için titrimetrik metot kullandığını belirtmiştir. Bunun yanında AOAC 977.20, AOAC 980.13, TS 13359 ve IHC metotlarının ağırlıklı olarak kullanıldığı, analizde genel olarak geri kazanım düzeltilmesi yapılmadığı ve katılımcıların % 60’ının analizde akredite olduğu görülmektedir.

## 8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar
- 2 ISO 13528:2022 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.