



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Balda HMF Analizi
UGRL YT Raporu- KOB008
Kasım 2023-Ocak 2024

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: KOB008 - Balda HMF Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 07/11/2023

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 07/12/2023

Rapor Yayın Tarihi: 03/01/2024

Raporu Hazırlayan(lar):


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


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

Çevrim Koordinatörü:


Dr. Kübra ŞAHİN ÖZKAN
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü

YT Koordinatörü:


Doç. Dr. Aslı KORKMAZ
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu V.

Raporu Onaylayan:


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

YT Düzenleyici:

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,
Yenimahalle – ANKARA
Tel.: 0312 327 41 81
Faks: 0312 327 41 56
e-posta: ugrl@tarimorman.gov.tr
Web: <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	4
1. GİRİŞ.....	5
2. GİZLİLİK.....	5
3. TEST MATERYALİ.....	6
3.1. HAZIRLAMA.....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK.....	6
3.3. DAĞITIM.....	7
4. SONUÇLAR.....	7
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	8
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	9
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	9
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	13
7. GÖZLEMLER.....	16
8. REFERANSLAR.....	17

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik testi sonuçları özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	6
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	7
Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi.....	9
Tablo 5. Atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması.....	10
Tablo 6. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	10
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorları.....	10
Tablo 8. Katılımcı yorumları.....	13
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	13

ŞEKİLLER

Şekil 1. HMF için z-skorları histogramı.....	12
--	----

ÖZET

Balda HMF Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 59 katılımcıya, 07/11/2023 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 gram test materyali (süzme bal) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde bulunan HMF için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan KOB008 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 59 katılımcının 59’u (%100) analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528:2022 Standardına² uygun olarak, test materyalinde yer alan HMF için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır.
- HMF parametresi için 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 HMF için belirsizlik ihmal edilmiş ve performans değerlendirmesinde atanmış değer belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir.
- Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}), uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.
- Her bir katılımcı için z-skoru; atanmış değer (X_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Balda HMF Analizi Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik testi sonuçları özeti

Analit	Atanmış değer (X_{pt}) (mg/kg)	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
HMF	29,8	56	59	95

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 MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında yaklaşık 4,5 kg bal kullanılmıştır. Farklı HMF içeriklerine sahip ballardan hazırlanan test materyali, iyice karıştırılarak homojenize edildikten sonra analiz edilmiş ve 31,3 mg/kg HMF tespit edilmiştir. Test materyali bu şekilde doğal kontamine olarak kullanılmış, HMF standardı ilavesi yapılmamıştır. Yeterlilik test materyali kaplarına en az 50’şer gram olacak şekilde aktarılarak numaralandırılan numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2022 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler Agilent marka HPLC-DAD ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açılarından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. İstatistiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir (Tablo 2). Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. HMF için yeterlilik standart sapması değeri (σ_{pt}), uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Sıra no	HMF (mg/kg)	
	Tekrar-1	Tekrar-2
1	31,2	31,5
2	31,7	31,3
3	31,8	31,1
4	31,4	31,2
5	31,5	31,5
6	31,5	31,1
7	31,1	31,4
8	30,9	31,0
9	31,2	31,3
10	31,3	31,6
11	31,3	31,2
12	31,6	31,6
Ortalama	31,3	
σ_{pt}	2,9	
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,9	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,2	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,2	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,1	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528:2022 Standardı² 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 iki farklı zamanda analizler gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528:2022 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, yukarıda belirtilen zamanlarda 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. Kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te verilmektedir.

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme

	HMF (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ y_1 - y_X $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ y_1 - y_X \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	31,2	31,5					
Gönderimi	31,5	31,5	31,4	---	---	---	---
Öncesi	31,5	31,1					
Sonuç Son	31,4	31,4					
Bildirim	31,3	31,6	31,3	0,1	2,9	0,9	GEÇER
Tarihi Sonrası	30,9	31,3					

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (süzme bal), 59 katılımcı laboratuvara 07/11/2023 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.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresindeki KOB008 kodlu çevrime özgü '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**'nu kullanarak HMF 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 07/12/2023 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 59 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, tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde HMF için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır². Katılımcı sonuçları üzerinden Q/Hampel'a göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.^{3,4}

Atanmış değerin belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

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

s*: Sağlam (robust) standart sapma

p: Geçerli sonuç sayısı

HMF için atanmış değerin 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 HMF için belirsizlik ihmal edilmiş ve performans değerlendirmesinde atanmış değerin belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir.

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılmıştır⁵. HMF için σ_{pt} , aşağıda belirtilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

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

c: Analit konsantrasyonu (Atanmış değer (X_{pt})) (boyutsuz kütle oranı şeklinde ifade edilir.)

mr: Boyutsuz konsantrasyon (Örn: 1 ppm=10⁻⁶)

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528:2022 Standardı² ile uyumlu olarak 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 HMF 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

z-skoru, yeterlilik testi standart sapması ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır⁶:

$ z \leq 2$	Uygun
$ z > 2$	Uygun Değil

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

HMF için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4'te, atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması Tablo 5'te, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 7'de özetlenmektedir ve z-skorları histogramları Şekil 1'de gösterilmektedir.

Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 8'de verilmektedir.

Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi

	HMF (mg/kg)
Sonuç sayısı	59
Sonuç aralığı	25,96 - 40,089
Sonuçların ortancası	29,9
Sonuçların ortalaması	30,2
Atanmış değer	29,8
Sağlam standart sapma	1,8
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	56
$ z > 2$ sonuç sayısı	3

Tablo 5. Atanmış değer, atanmış değer belirsizliği ve yeterlilik standart sapması

Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (X_{pt})	Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt})	Birim
HMF	59	29,8	0,3	2,9	mg/kg

Tablo 6. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

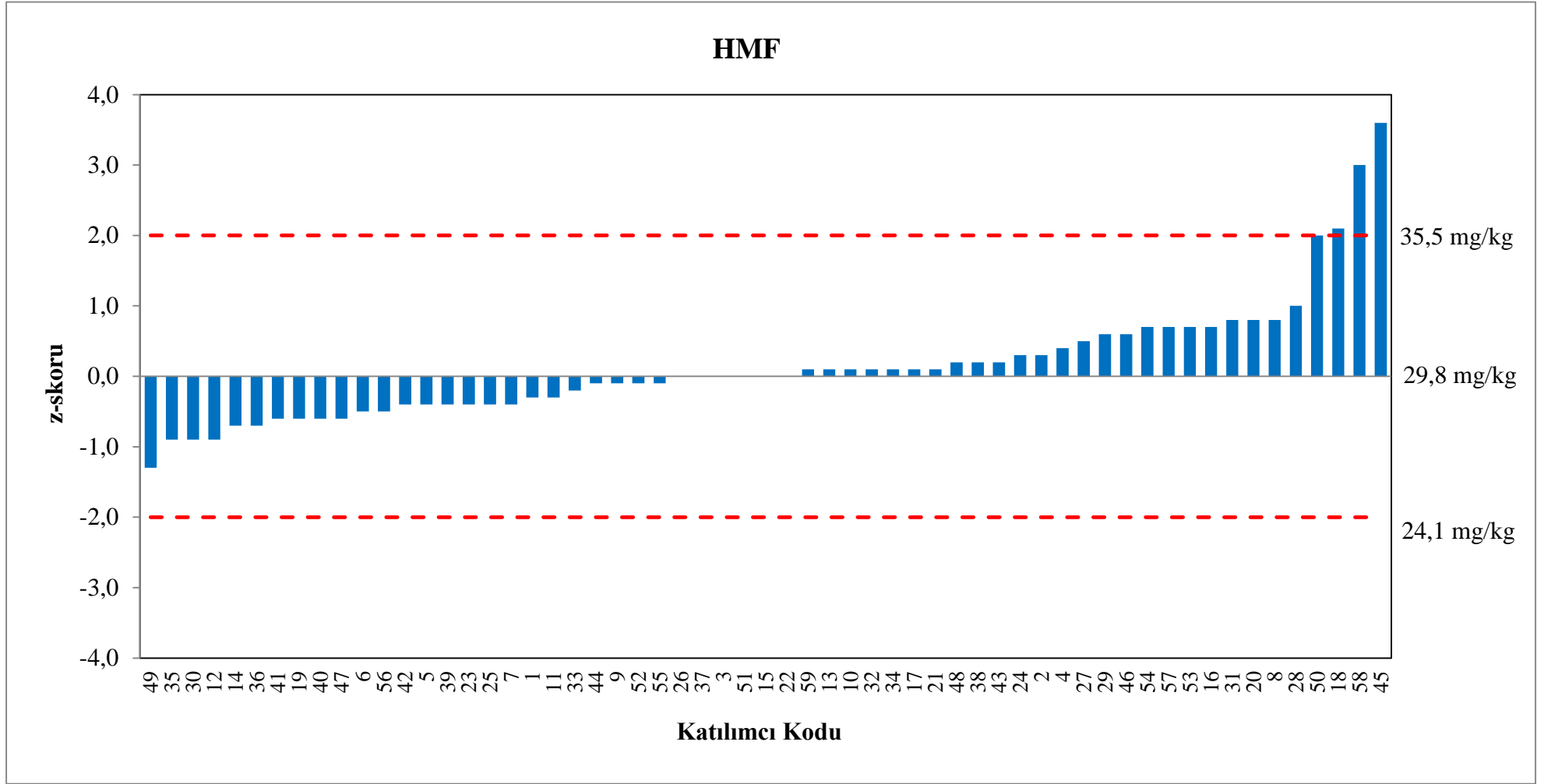
Analit	Atanmış değer (X_{pt})	Birim	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
HMF	29,8	mg/kg	56	59	95

Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	HMF				z-skoru
	Atanmış Değer		29,8 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Kullanılan cihaz (Metot)		
01	29	0,25	HPLC	-0,3	
02	30,6	5	Spektrofotometre	0,3	
03	29,8	Belirtilmedi	Spektrofotometre	0,0	
04	31,02	5,61	HPLC	0,4	
05	28,59	Belirtilmedi	Spektrofotometre	-0,4	
06	28,25	1,53	HPLC	-0,5	
07	28,77	0,92	HPLC	-0,4	
08	32,16	2	HPLC	0,8	
09	29,5	5	HPLC	-0,1	
10	30,08	3,54	HPLC	0,1	
11	29	0,78	Spektrofotometre	-0,3	
12	27,26	3,43	Spektrofotometre	-0,9	
13	30	5	HPLC	0,1	
14	27,7	0,69	HPLC	-0,7	
15	29,87	1,69	HPLC	0,0	
16	31,9	Belirtilmedi	HPLC	0,7	
17	30,2	5	Spektrofotometre	0,1	
18	35,67	1	Spektrofotometre	2,1	
19	28,06	3,3678	HPLC	-0,6	
20	32,09	1,9	Spektrofotometre	0,8	
21	30,2	1	HPLC	0,1	
22	29,9	7	HPLC	0,0	
23	28,62	1,467	HPLC	-0,4	
24	30,54	2,5	HPLC	0,3	
25	28,71	0,63	HPLC	-0,4	

Tablo 7 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	HMF			
	Atanmış Değer		29,8 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Kullanılan cihaz (Metot)	z-skoru
26	29,66	0,6	HPLC	0,0
27	31,3	2,116	HPLC	0,5
28	32,68	0,5	HPLC	1,0
29	31,42	2,4	HPLC	0,6
30	27,2	0,1	HPLC	-0,9
31	32	4,7	HPLC	0,8
32	30,13	8,27	HPLC	0,1
33	29,32	Belirtilmedi	HPLC	-0,2
34	30,14	1,3	Spektrofotometre	0,1
35	27,16	0,11	HPLC	-0,9
36	27,8	5	HPLC	-0,7
37	29,7	1,98	Spektrofotometre	0,0
38	30,4	11,8	HPLC	0,2
39	28,6	0,5	HPLC	-0,4
40	28,07	20	HPLC	-0,6
41	27,92	3,5	HPLC	-0,6
42	28,54	0,29	HPLC	-0,4
43	30,45	1	HPLC	0,2
44	29,42	0,2	Spektrofotometre	-0,1
45	40,089	0,925	HPLC	3,6
46	31,55	10	HPLC	0,6
47	28,14	3	HPLC	-0,6
48	30,3	2,46	HPLC	0,2
49	25,96	1,97	HPLC	-1,3
50	35,5	1	Spektrofotometre	2,0
51	29,86	0,8	HPLC	0,0
52	29,52	5	HPLC	-0,1
53	31,8	2	HPLC	0,7
54	31,65	Belirtilmedi	HPLC	0,7
55	29,57	0,089	HPLC	-0,1
56	28,3	3,58	HPLC	-0,5
57	31,74	20	HPLC	0,7
58	38,27	Belirtilmedi	Spektrofotometre	3,0
59	29,95	5	HPLC	0,1



Şekil 1. HMF için z-skorları histogramı

Tablo 8. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
20	Numunenin miktarının biraz daha fazla olması çalışma kolaylığı açısından faydalı olacaktır.
45	Yapılan analizin oransal ölçüm belirsizliği % 3 'tür.
57	Numune miktarının daha fazla olmasını talep ediyoruz.

*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 9’da sunulmaktadır.

Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri

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

HPLC ANALİZLERİ İÇİN:

Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
IHC 2009, 5.1 Determination of HMF by HPLC	04 07 08 09 13 14 16 19 21 22 23 24 28 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40 42 43 45 47 48 49 51 53 54 57 59
IHC P:26-28	01
TS 13356	06 25 26 55
Journal of AOAC Int., Vol.76, No:2, 268-274.	10 27 41 56
IFU NO:69	01 15
İşletme İçi Metod-KAL-SÇY-019-(IHC 2009, 26-28 Determination of hydroxymethyl furfural by HPLC),	39
Harmonised Methods of The International Honey Commission	46
IHC 2001, Journal of AOAC Vol 76	52

Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 04 09 10 13 15 19 21 22 23 24 26 27 29 30 31 32 36 39 41 42 46 48 52 54 56 57 59
Hayır	06 07 08 14 16 25 28 33 35 38 40 43 45 47 49 51 53 55

Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥1-<2	07 22 43 55

≥2-<5	16 24 41 47 53 54
≥5-<10	01 04 08 10 15 19 26 28 30 31 32 33 38 40 46 48 49 57
≥10	06 09 13 14 21 23 25 27 29 35 36 39 42 45 51 52 56 59

HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	01 04 06 07 08 09 14 15 16 19 21 23 24 25 26 27 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40 42 43 45 46 47 48 52 53 54 55 56 57 59
Solvent ekstraksiyonu	10 13 22 41 51
Bildirilmedi	28 49

Ekstraksiyon solventi bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Su	01 04 06 07 08 09 14 15 19 21 23 24 25 26 27 29 30 31 32 33 38 39 40 42 43 45 46 47 48 52 53 54 55 57 59
Metanol:Su	13 16 35 36 51
Asetonitril:Su	10 22 41 56
Bildirilmedi	28 49

Carrez durultması uygulandı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 06 15 25 26 30 36 41 49 52 56 57
Hayır	04 07 08 09 10 13 14 16 19 21 22 23 24 27 28 29 31 32 33 35 38 39 40 42 43 45 46 48 51 53 54 55 59
Bildirilmedi	47

İç standart kullanıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	36
Hayır	01 04 06 07 08 09 10 13 14 15 16 19 21 22 23 24 25 26 28 29 30 31 32 33 35 38 39 40 41 42 43 45 46 48 49 51 52 53 54 55 56 57 59
Bildirilmedi	27 47

Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
C18	01 04 06 07 08 09 10 13 14 15 16 22 24 25 26 27 29 30 31 35 36 38 39 40 41 42 43 45 47 48 52 53 54 56 57 59
Hypersil	19 28 33 49
ODS2	21 23 32 55
R18	46
ODS-4	51

Enjeksiyon hacmi (µl):	Laboratuvar Kodu
≥5-<10	54
≥10-<25	01 04 06 07 08 09 10 13 14 15 16 19 21 22 23 24 25 27 28 29 32 33 35 36 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 51 52 53 55 56 57 59
≥25-<50	31
≥50-<100	26
≥100	30 49

Kolon sıcaklığı (°C):	Laboratuvar Kodu
-----------------------	------------------

≥20-<50

01 04 06 07 08 09 10 13 14 15 16 19 21 22 23
24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40
41 42 43 45 46 47 48 49 51 52 53 54 55 56 57
59

Mobil faz bileşenleri:	Laboratuvar Kodu
Metanol:Su	01 04 07 08 09 13 14 15 16 19 22 23 24 25 28 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40 42 43 45 46 47 48 49 51 52 53 55 59
Asetonitril:Su	10 21 56
Metanol	26 54
Su:Disodyum Hidrojen Fosfat:Metanol:Orto fosforik asit	06
Disodyum Hidrojen Fosfat	26
KH ₂ PO ₄ Tampon+Acetonitril	27
0.0125 M Potasyum dihidrojen fosfat ve Asetonitril (90:10 v/v)	41
Su, metanol, ortofosforik asit, disodyum hidrojen fosfat	57
Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	04 06 08 09 10 14 15 16 19 21 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 51 52 53 54 55 56 57 59
Hayır (Gradient)	01 07 13
Bildirilmedi	22
Kullanılan standart markası:	Laboratuvar Kodu
Fluka	38
Dr. Ehrenstorfer	08 23 26 27 29 39 43 51 52 53 59
Merck	04 10 13 21 31 36 47 57
Sigma/Aldrich	01 06 07 09 14 15 22 25 28 30 32 33 35 40 41 45 48 54 55 56
AFG Bioscience	19
HPC	24 42
Cayman	46
Bildirilmedi	16 49
Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Evet	29 32 35 42 47 53
Hayır	01 04 06 07 08 09 10 13 14 15 16 19 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 33 36 38 39 40 41 43 45 46 48 49 51 52 54 55 56 57 59
SPEKTROFOTOMETRE ANALİZLERİ İÇİN:	
Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
IHC 2009, 5.2 Determination of HMF after White	02 05 44 50
IHC 2009, 5.3 Determination of HMF after Winkler	03 12 18 20 34 58
AOAC 980.23	11 17
TS 6178 ISO 7466	37

Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	11 12 18 34 37 44 58
Hayır	02 03 05 17 20 50
Analize alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥ 2 -<5	17
≥ 5 -<10	02 11 44 58
≥ 10	03 05 12 18 20 34 37 50
Absorbans ölçümü öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Su ekstraksiyonu	02 05 11 12 18 20 34 44 50
Solvent ekstraksiyonu	17 37
Ekstraksiyon yapılmıyor	58
Diğer	03
Dalga boyu (nm):	Laboratuvar Kodu
284 ve 336	02 05 11 17 44
550	03 12 18 20 34 37 50
0,1993	58
Kullanılan standart markası:	Laboratuvar Kodu
Merck	11 44
Sigma/Aldrich	18 37 58
HPC	02 17
Diğer	05
Bildirilmedi	03 12 20 34 50
Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	02 03 05 11 12 17 18 20 34 37 44 50 58

7. GÖZLEMLER

59 adet kamu ve özel laboratuvarın katıldığı “KOB008 Balda HMF Analizi Yeterlilik Testi Çevrimi” sonuçlarına göre; 56 katılımcı $|z| \leq 2$ skor aralığında kalmıştır, dolayısıyla başarılı z-skoru oranı ($\% |z| \leq 2$) % 95’tir. 59 katılımcıdan 3 tanesi uygun z skoru aralığının dışında ($|z| > 2$) sonuç bildirmiştir.

HMF analizinde hem kromatografik, hem spektrofotometrik yöntem kullanıldığı görülmektedir. 59 katılımcınının 46’sı HPLC, 13’ü ise spektrofotometre ile analiz yapmaktadır. Sonuçlar uyumlu olduğu için tüm veriler bir arada değerlendirilmiş ve farklı teknik kullanımından kaynaklanan herhangi bir ayrışma gözlenmemiştir. Katılımcıların %59’unun analizde akredite olduğu görülmektedir.

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İin Genel Őartlar
- 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.
- 4 Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical Brief No:6, Apr 2001
- 5 Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386
- 6 TÜRKAĞ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştıırma Programları Prosedürü, Rev.No:10 -16 Aralık 2019