



GIDA MADDELERİNDE NEM, KÜL, YAĞ VE PROTEİN TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ RAPORU

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Rapor No: KAR-G3RM-500.2014.02

Koordinatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

**23 Aralık 2014
Gebze/KOCAELİ**

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)
Referans Malzemeler Laboratuvarı
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01
www.ume.tubitak.gov.tr

Koordinatör

Dr. Fatma AKÇADAĞ
e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu
Dr. Alper İŞLEYEN



İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	4
2. ÇALIŞMANIN AMACI	5
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	5
4. KULLANILAN METOTLAR	5
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	5
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	7
7. KAYNAKLAR.....	11
EK-1 ROBUST İSTATİSTİK	12

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar	6
Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları cihazlar	6
Tablo 3. Buğday ununda nem, kül, yağ ve protein tayini sonuçları ve z-skorları	8
Tablo 5. z-skoru dağılımları	10
Tablo 6. Sonuçların dağılımı.....	10

ŞEKİLLER

Şekil 1. Buğday ununda nem tayini sonuçları z-skoru dağılımı	9
Şekil 2. Buğday ununda kül tayini sonuçları z-skoru dağılımı	9
Şekil 3. Buğday ununda yağ tayini sonuçları z-skoru dağılımı	9
Şekil 4. Buğday ununda protein tayini sonuçları z-skoru dağılımı	9

1. GİRİŞ

Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır.

Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

Bir laboratuvarın belli bir analizi yapmadaki yeterliliğini kanıtlamasının diğer bir yolu ise laboratuvarın bağımsız kurumlar tarafından akreditasyonudur. Laboratuvar akreditasyonu sırasında laboratuvarın yeterlilik testlerinden elde ettiği sonuçlar da değerlendirmelerde kullanılmaktadırlar.

TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan analitik ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları düzenlemektedir. Gıda maddelerinde Nem, Kül, Yağ ve Azot tayini ile ilgili yeterlilik testleri düzenlenmesine ilk kez 2001 yılında başlanmıştır.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, katılımcı laboratuvarların buğday ununda nem, kül, yağ, protein ve glüten tayini yapmaları istenmiş, çalışmaya katılmayı bildiren 11 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda laboratuvarlarında yapılan gıda maddelerinde yapılan nem, kül, yağ, protein ve gluten tayini konusunda laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir. Protokol katılımcılara ayrıca e-posta ile de gönderilmiştir.

Test örneği olarak “buğday unu” kullanılmıştır. Yaklaşık 150 g homojenize edilmiş buğday unu vidalı kapaklı PP kaplarda ambalajlanarak, çalışmaya katılmayı bildiren 11 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

Bu çalışmaya katılan laboratuvarların analizlerde kullandıklarını bildirdikleri metotlar/cihazlar Tablo 1’de verilmiştir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen kullanıcı adı ve şifresini kullanarak <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümüne girmeleri istenmiştir.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar

Lab. No	Nem	Kül	Yağ	Protein
01	TS 1135	TS 1511	SOXHLET EXTRAKSİYONU	KJELDAHL
02	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	27/12/2011 TARİH VE 28155 SAYILI R,G,	TS 1620
03	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 6317	TS EN ISO 5983
04	TS EN ISO 712:2010	TS 1511 ISO 2171	-	-
05	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 4967	TS 1620 (KJELDAHL)
06	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 4967	KJELDAHL
07	TS EN ISO 712:2012	TS EN ISO 2171:2010	Soksalet Eks,	KJELDAHL
08	TS EN ISO 712:2010	TS EN ISO 2171: 2010	TS 6317	TS EN ISO 5983/2
09	Pharmacopeia USP30 NF25 page 300 -loss on drying	-	-	-
10	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS EN ISO 659	AOAC 992,15
11	TS EN ISO 712	TS EN ISO 2171	TS 6317	AOAC Official 992,15

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları cihazlar

Lab. No	Nem	Kül	Yağ	Protein
01	K, H, STERİLİZATÖRÜ	Kül Fırını	SOXHLET EXTRAKSİYONU CİHAZI	AZOT PROTEİN CİHAZI
02	-	-	-	-
03	MEMMERT Etüv	CARBOLITE Kül Fırını	BUCHI EXTRACTION INSTRUMENT	FOSS TECATOR DIGESTION-
04	Etüv	Kül Fırını	-	-
05	Etüv	Kül Fırını	-	Protein yakma cihazı, otomatik distilasyon cihazı
06	Etüv, Terazi	Kül Fırını, Terazi	SOXHLET Ekstraksiyonu, Terazi, Etüv	Kjeldhal, Destilasyon, Terazi
07	STANDART KURUTMA DOLABI	Standart Kül Fırını	SOXHLET	Destilasyon Ünitesi
08	Etüv	Kül Fırını	SOXHLET Düzeneği	Mikro kjeldahl
09	Ohaus	-	-	-
10	Etüv	Kül fırını	SOXHLET	Dumas
11	ETÜV	Kül Fırını	Yarı Otomatik Soxhlet Ekstraksiyon Cihazı	Tam Otomatik Azot- Protein Cihazı (Dumas)

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada referans değerler, nem, kül, yağ ve protein için sonuçların ortancası (median) alınarak kullanılarak belirlenmiştir (bkz. Ek-1). Tüm katılımcıların protein sonuçları 5,70 protein faktörü kullanılarak değerlendirilmiştir. Standart sapma değerleri nem, kül ve protein için referans değerlerin % 7,5'i, yağ için ise referans değerlerin % 12'si alınarak belirlenmiştir.

Çalışmaya katılan laboratuvarlar yaş glüten, kuru glüten ve glüten indeksi değerleri için sonuç bildirmemişlerdir.

Katılımcı laboratuvarların z-skoru değerleri eşitlik (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (1)$$

Burada,

X : referans değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ ise analiz uygundur.

$2,0 < |z| < 3,0$ ise arası kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

$|z| \geq 3,0$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

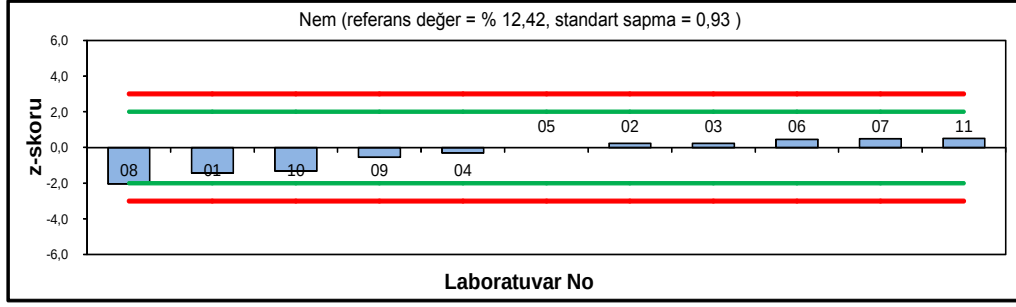
Bu çalışmaya katılan iki laboratuvar sonuç bildirememiştir.

Laboratuvar sonuçları Tablo 3'te, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-4'de verilmiştir.

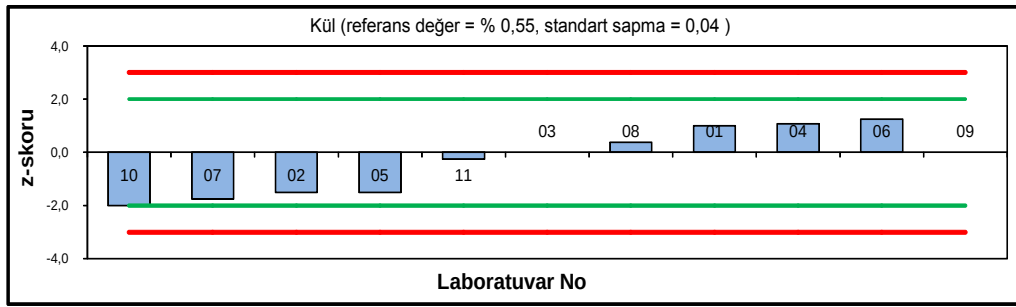
Tablo 5'te z-skoru dağılımları, Tablo 6'da ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

Tablo 3. Buğday ununda nem, kül, yağ ve protein tayini sonuçları ve z-skorları

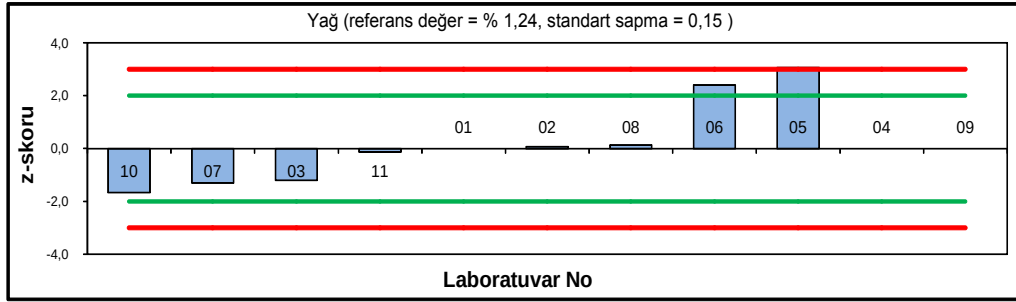
Lab. No	Nem				Kül				Yağ				Protein			
	Referans değer = % 12,42				Referans değer = % 0,55				Referans değer = % 1,24				Referans değer = % 10,10			
	Standart sapma = 0,93				Standart sapma = 0,04				Standart sapma = 0,15				Standart sapma = 0,76			
	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z
01	11,09	0,44	-	-1,4	0,59	0,04	-	1,0	1,24	0,07	-	0,0	9,9	0,24	-	-0,3
02	12,63	0,10	-	0,2	0,49	0,02	-	-1,5	1,25	-	-	0,1	10,15	-	-	0,1
03	12,64	0,19	0,3	0,2	0,55	0,04	0,2	0,0	1,06	0,06	0,3	-1,2	10,24	0,07	0,2	0,2
04	12,136	-	-	-0,3	0,593	-	-	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-
05	12,42	-	-	0,0	0,49	-	-	-1,5	1,70	-	-	3,1	10,10	-	-	0,0
06	12,84	0,10	0,39	0,5	0,60	0,01	0,02	1,3	1,6	0,07	0,06	2,4	10,02	0,26	0,56	-0,1
07	12,87	-	-	0,5	0,48	-	-	-1,8	1,045	0,18	-	-1,3	10,46	0,11	-	0,5
08	10,52	0,03	0,05	-2,0	0,565	0,02	0,03	0,4	1,26	0,05	0,07	0,1	10,02	0,3	0,47	-0,1
09	11,918	0,00	-	-0,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10	11,19	0,37	0,1208	-1,3	0,47	0,0248	0,2078	-2,0	0,99	0,038	0,35	-1,7	9,76	0,05	0,39	-0,4
11	12,89	0,01	-	0,5	0,54	0,01	-	-0,3	1,22	0,02	-	-0,1	10,37	0,18	-	0,4



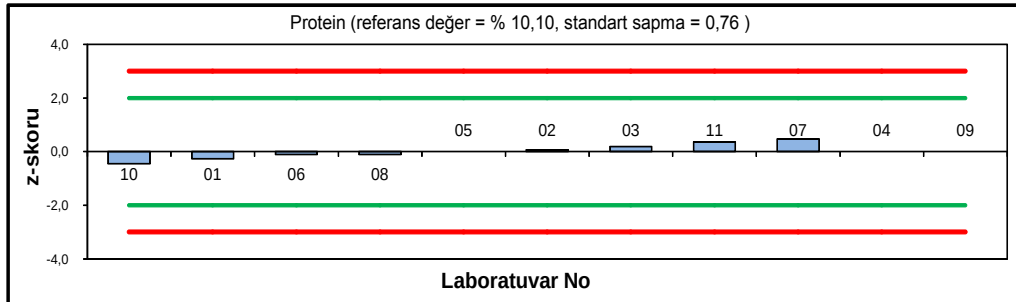
Şekil 1. Buğday ununda nem tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 2. Buğday ununda kül tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 3. Buğday ununda yağ tayini sonuçları z-skoru dağılımı



Şekil 4. Buğday ununda protein tayini sonuçları z-skoru dağılımı

Tablo 4. z-skoru dağılımları

z-skoru	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$		Laboratuvar Sayısı
	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	
Nem	11	100	-	-	-	-	11
Kül	-	-	-	-	-	-	10
Yağ	7	78	1	11	1	11	9
Protein	9	100	-	-	-	-	9

Tablo 5. Sonuçların dağılımı

	Nem	Kül	Yağ	Protein
Laboratuvar sayısı (n)	11	10	9	9
Ortanca (%)	12,42	0,55	1,24	10,10
Ortalama değer (%)	12,10	0,54	1,26	10,11
Referans değer (%)	12,42	0,55	1,24	10,1
Standart sapma	0,93	0,04	0,15	0,76
Maksimum değer (%)	12,89	0,60	1,70	10,46
Minimum değer (%)	10,52	0,47	0,99	9,76
Dağılım aralığı (Maks-Min) (%)	2,37	0,13	0,71	0,70

7. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2005, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. Gıda Maddelerinde Nem, Kül, Yağ, Protein ve Glüten Tayini Yeterlik Testi Çalışması Protokolü, Ekim 2014

EK-1 ROBUST İSTATİSTİK

Robust istatistik ile veri setinde outlier yapmadan tüm verileri dikkate alarak değerlendirme yapılır. Bu durumda ortalama değer olarak median kullanılır.

Robust Ortalama (median)

Konsensus değer tüm katılımcıların sonuçlarının robust ortalaması (median) alınarak hesaplanabilir. Robust ortalama basit olarak median olarak tanımlanır.

Tüm sonuçlar ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) en küçükten en büyüğe doğru sıra dizilir. Sıraya dizilen sonuçlarda sonuç sayısı tek ise en ortadaki değer, eğer sonuç sayısı çift ise ortadaki iki değer ortalaması alınarak hesaplanan değer median'dır.

Simetrik bir dağılımda median ve ortalama değer birbirinin aynıdır. Median çok farklı değerlerden etkilenmez.

$$X = \begin{cases} X_m & n \text{ tek sayı ise } 1, 3, 5 \\ \frac{X_m + X_{m+1}}{2} & n \text{ çift sayı ise } 2, 4, 6 \end{cases}$$

Örnek

Sonuç (g)	5,6	5,4	5,5	5,4	5,6	5,3	5,2
Küçükten büyüğe sıralanmış değerler							
Sonuç (g)	5,2	5,3	5,4	5,4	5,5	5,6	5,6

Median = 5,4