



GIDA MADDELERİNDE AFLATOKSİN TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Protokol No: KAR-G3RM-180.2013

**Ekim 2013
Gebze-Kocaeli**

İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI	1
2. ORGANİZATÖR	1
3. ÇALIŞMAYA KATILIM	1
4. TEST ÖRNEĞİ	1
5. ÇALIŞMA PROGRAMI	2
6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER	2
7. KULLANILACAK METOTLAR	3
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI	3
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	3
10. GİZLİLİK	4
10. KAYNAKLAR	4

1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda laboratuvarlarında yapılan aflatoksin analizlerinde laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlanması amaçlanmıştır.

2. ORGANİZATÖR

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

Yazışma adresi:

TÜBİTAK UME
TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi
Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No: 1
41470 Gebze / KOCAELİ
T +90 262 679 5000 - 6400
F +90 262 679 5001
www.ume.tubitak.gov.tr

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

Teknik Komite: Fatma AKÇADAĞ, Nilgün TOKMAN ve Alper İŞLEYEN

3. ÇALIŞMAYA KATILIM

Çalışma tüm laboratuvarlara açık olup ücretli olarak düzenlenir. Katılım ücreti çalışma duyurusu ile birlikte katılımcılara bildirilir.

4. TEST ÖRNEĞİ

Test örneği olarak, “Antep fıstığı” ve “toz kuru incir” kullanılmıştır. Test örnekleri Tablo 1’de verilen aralıklarda Aflatoksin B₁, Aflatoksin B₂, Aflatoksin G₁, Aflatoksin G₂ ve toplam aflatoksin içermektedir. Tüm örnekler katılımcılara kargo ile aynı zamanda gönderilir. Test örneklerinin - 20 °C’da saklanması ve **KANSEROJEN MADDE** olması nedeniyle çalışırken gerekli tedbirlerin alınması gerekir. Örneğin tamamı homojen hale getirildikten sonra kullanılmalıdır.

Katılımcı laboratuvarlar gönderilen test örneğini aldıklarında ambalajının sağlam olup olmadığını kontrol eder ve <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “Örnek Alındı Formunda” gerekli bilgileri girerek formu belirtilen adrese e-posta ile gönderirler.

Tablo 1.

	Parametre	Çalışma Aralığı (µg/kg)
Antep Fıstığı	Aflatoksin B ₁	1 - 20
	Aflatoksin B ₂	0,5 - 5
	Aflatoksin G ₁	0,5 - 5
	Aflatoksin G ₂	0,5 - 5
	Toplam Aflatoksin	5 - 30
Kuru İncir	Aflatoksin B ₁	5 - 25
	Aflatoksin B ₂	0,5 - 10
	Aflatoksin G ₁	1 - 10
	Aflatoksin G ₂	0,1 -5
	Toplam Aflatoksin	10 - 40

5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Yaklaşık 100 g Antep fıstığı ve 175 g “toz kuru incir” test örnekleri ayrı ayrı katılımcı laboratuvarlara gönderilir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek, sonuçları <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “VERİ GİRİŞİ” bölümünden **22/11/2013** tarihine girmeleri gerekir. Veri girişi için her bir laboratuvara ayrı bir kullanıcı ismi ve parola verilir. Kullanıcı adı ve parola katılımcı laboratuvarlara e-posta ile gönderilir. Katılımcı laboratuvarlar bu tarihe kadar girdikleri sonuçlarda ve kurumsal bilgilerde değişiklik yapabilirler.

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilir ve z-skorum hesaplanır. Değerlendirme işlemi sonucunda yeterlilik testi çalışması sonuç raporu hazırlanır. Raporun taslak hali web sayfasında yayınlanır. Katılımcı laboratuvarların iki hafta içerisinde raporla ilgili varsa düzeltme önerileri bildirmeleri istenir. Daha sonra raporda uygun bulunan düzeltmeler organizatör tarafından bir hafta içerisinde yapılır ve raporun son hali web sayfasında yayınlanır. Raporun son hali yayımlandıktan sonra katılımcı laboratuvarlar iyi olmayan sonuçlarını geri çekemezler. Katılımcı laboratuvarlara ayrıca Katılım Belgesi posta ile gönderilir.

6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER

Bu çalışmada, “Antep fıstığı” ve “toz kuru incir” örneklerinde aflatoksin B₁, aflatoksin B₂, aflatoksin G₁, aflatoksin G₂ ve toplam aflatoksin tayini yapılacaktır.

7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara rutin analizlerde uyguladıkları metodu kullanarak test örneğini analiz etmeleri, analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI

Yeterlilik testi sonuçlarının bildirilmesi ve sonuç raporuna ulaşması <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfası aracılığı ile yapılır. Laboratuvarların ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, geri kazanım değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümünden göndermeleri istenir. Sonuçların **22/11/2013 tarihine** kadar gönderilmesi gerekir. Zamanında gönderilmeyen sonuçlar değerlendirmeye alınmaz. Sonuçlar iki basamaklı raporlanmalıdır.

9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Referans değerin belirlenmesi:

Bu çalışmada, test örneği olarak sertifikalı “Antep fıstığı” ve sertifikalı referans malzeme üretimi fizibilite çalışması sonucu elde edilen “toz kuru incir” kullanılmakta olup, referans değer olarak sertifikadaki değer ve fizibilite çalışmasındaki homojenlik ve kararlılık sonuçlarından elde edilen değerlerin ortalaması kullanılır. Standart sapma değerleri ise Horwitz Eşitliği kullanılarak belirlenir.

z-skoru:

z-skorları (9.1) eşitliği kullanılarak hesaplanır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (9.1)$$

Burada,

- X : referans değer
- x : katılımcı laboratuvar sonucu
- σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

10. GİZLİLİK

Laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Hazırlanan web tabanlı sistemin güvenliği için gerekli önlemler tarafımızca alınmıştır. Katılımcı laboratuvarlara ait bilgiler hiçbir şekilde üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Katılımcı laboratuvarlar sistemde kendilerine verilen şifreyi değiştirebilirler.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilir. Sonuç raporunda, her laboratuvar sadece kendisinin bildiği bu numara ile tanımlanır ve sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanır.

10. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043 Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing, 2010
2. ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, 2005
3. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure&Appl. ,Chem., 2006, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196
4. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2005