



KETÇAPTA BENZOAT ve SORBAT TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Protokol No: KAR-G3RM-220.2013

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. ANALİZ EDİLECEK PARAMETRELER	2
7. KULLANILACAK METOTLAR	2
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI	3
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	3
10. GİZLİLİK	3
10. KAYNAKLAR	4

1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada, gıda laboratuvarlarında yapılan benzoat ve sorbat analizlerinde laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması 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 ve Adnan ŞİMŞEK

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, sodyum benzoat ve potasyum sorbat eklenerek hazırlanmış ketçap kullanılmıştır. Hazırlanan test örneğine Tablo 1’de verilen derişim aralıklarında sodyum benzoat ve potasyum sorbat eklenmiştir. Tüm örnekler katılımcılara kargo ile aynı zamanda gönderilir. Numunenin buzdolabında saklanması gerekir.

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.

Ketçap	Parametre	Çalışma Aralığı (mg/kg)
	Sodyum benzoat	50-200
	Potasyum sorbat	10-100

5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Bu çalışmada kullanılan ketçap numunesi sodyum benzoat ve potasyum sorbat eklenerek hazırlanır. Hazırlanan test numunesi mekanik karıştırıcı ile 4 h karıştırılarak homojen hale gelmesi sağlanır. Yaklaşık 100 g test örneği kahverengi cam şişelerde paketlenerek 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 ismi ve parola katılımcı laboratuvarlara e-posta ile gönderilir.

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilerek 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. ANALİZ EDİLECEK PARAMETRELER

Bu çalışmada ketçapta sodyum benzoat ve potasyum sorbat tayini yapılacaktır.

7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara, rutin çalışmalarda 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, 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, referans değerler TÜBİTAK UME Kimya Grubu Organik Kimya Laboratuvarı tarafından belirlenir. Standart sapma değerleri ise Horwitz Eşitliği kullanılarak belirlenir.

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 herbir 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