



SALÇADA METAL TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Protokol No: KAR-G3RM-230.2013

**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	2
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI	3
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	3
10. GİZLİLİK	3
10. KAYNAKLAR	4

1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda laboratuvarlarında yapılan gıda maddelerinde metal tayinlerinde laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır. Test örneği olarak “domates salçası” kullanılmıştır.

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, Emrah UYSAL, Nilgün TOKMAN ve Oktay CANKUR

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 metal eklenmiş domates salçası kullanılmıştır. Hazırlanan test örneğine Tablo 1’de verilen derişim aralıklarında metaller 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

Salçada Metal	Parametre	Çalışma Aralığı (mg/kg)
	Cd	1 - 20
	Cu	1 - 20
	Fe	1 - 75
	Pb	1 - 20
	Sn	1 - 50
	Zn	1 - 50

5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Domates salçası, istenen derişimde metaller eklenerek hazırlanır ve teflon uçlu mekanik karıştırıcı ile yaklaşık 4 saat karıştırılarak homojen hale getirilir. Bu karışımdan yaklaşık 50 g 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” bölümü doldurup **22/11/2013** tarihine kadar göndermeleri 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-skorları 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 salçada Cd, Cu, Fe, Pb, Sn ve Zn tayinleri 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.

9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, referans değerler TÜBİTAK UME Kimya Grubu İnorganik Kimya Laboratuvarı tarafından belirlenir. 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 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