



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Reçelde Sorbik Asit, Benzoik Asit, Metil-p-hidroksibenzoat,
Etil-p-hidroksibenzoat, Propil-p-hidroksibenzoat Aranması**
UGRL YT Raporu – KOB012
Mart-Nisan 2025

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı:	KOB012-Reçelde Sorbik Asit, Benzoik Asit, Metil-p-Hidroksibenzoat, Etil-p-Hidroksibenzoat, Propil-p-Hidroksibenzoat Aranması		
Test Materyali Gönderim Tarihi:	11/03/2025		
Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:	10/04/2025		
Rapor Yayın Tarihi:	30/04/2025		
Raporu Hazırlayan(lar):	Gülsüm YILDIRIM Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü	Engin ACAR Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü	Dr.Özge Ç. AÇAR Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü
Çevrim Koordinatörü:	Dr. Özge ÇETİNKAYA AÇAR Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü		
YT Koordinatörü:	Dr. M. Alp ÇETİNKAYA Yeterlilik Testi Bölümü		
Raporu Onaylayan:	Dr.Berrin ŞENÖZ MÜDÜR Kurum içi elektronik imza ile onaylanmıştır		
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.....	8
4. SONUÇLAR.....	8
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	10
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	10
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	10
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	10
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	11
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	21
7. GÖZLEMLER	25
8. REFERANSLAR	26

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	7
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme	9
Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları, uygun ve uygun olmayan z-skoru sayıları	11
Tablo 5. Katılımcı yorumları	12
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorları	13
Tablo 7. Katılımcı analiz bilgileri.....	21

ŞEKİLLER

Şekil 1. Sorbik Asit için z-Skorları Histogramı.....	16
Şekil 2. Benzoik Asit için z-Skorları istogramı.....	17
Şekil 2. Metil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları istogramı.....	18
Şekil 4. Etil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları	19
Şekil 5. Propil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları	20

ÖZET

- Çevrim için başvuruda bulunan 72 katılımcıya, 11/03/2025 tarihinde ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ ile birlikte 100 g yeterlilik test materyali (reçel) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan Sorbik asit, Benzoik asit, Metil-p-hidroksibenzoat, Etil-p-hidroksibenzoat ve Propil-p-hidroksibenzoat için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- 72 katılımcının tamamı sonuç bildirmiştir.
- Kantitatif olarak sonuç bildirilen parametreler için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır.
- 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.
- Reçelde Sorbik Asit, Benzoik Asit, Metil-p-hidroksibenzoat, Etil-p-hidroksibenzoat, Propil-p-hidroksibenzoat Aranması 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$
Sorbik asit	599,7	67	72	93
Benzoik asit	294,7	67	71	94
Metil-p-hidroksibenzoat	154,1	27	29	93
Etil-p-hidroksibenzoat	78,3	27	29	93
Propil-p-hidroksibenzoat	52,0	19	19	100

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Yetkinliği İçin Genel Gereklikler” 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 yönetmeliğe tabi 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 tarafından istenildiği durumda gizli olarak bildirilmektedir.

Katılımcı yasal otoriteye, akreditasyon kuruluşlarına ve müşterilerine sunmak üzere raporda yayınlanan kendine ait bilgileri kullanabilir. Bunun dışında, raporda yer alan bilgiler, veriler ve grafikler hiçbir şekilde akademik yayın, reklam vb. amaçlarla kullanılamaz. Bu bilgilerin kullanım hakkı Tarım ve Orman Bakanlığı, Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü’ne aittir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında 10 kg reçel kullanılmıştır. Temin edilen reçel analiz edilmiş ve sorbik asit, benzoik asit, propil-p-hidroksibenzoat için 10 mg/kg ölçüm limiti, metil-p-hidroksibenzoat ve etil-p-hidroksibenzoat için 5 mg/kg ölçüm limitine göre içerisinde sorbik asit, benzoik asit, metil-p-hidroksibenzoat, etil-p-hidroksibenzoat ve propil-p-hidroksibenzoat tespit edilmemiştir. Reçele farklı konsantrasyonlarda sorbik asit, benzoik asit, metil-p-hidroksibenzoat, etil-p-hidroksibenzoat, propil-p-hidroksibenzoat içeren miks standart çözeltisi (spike çözeltisi) spike yapılmış ve homojenizatör kullanılarak homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan test materyali, yeterlilik test materyali kaplarına en az 100'er g olacak şekilde aktarılmıştır. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2015 Standardı¹ esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler HPLC-DAD cihazı 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. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiştir. İstatiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. σ_{pt} hesaplanmasında, uygun Horwitz eşitliği kullanılmıştır. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Sıra no	Sorbik asit (mg/kg)		Benzoik asit (mg/kg)		Metil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)		Etil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)		Propil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	593,1	605,2	315,8	319,6	155,8	161,7	85,6	85,6	57,3	55,6
2	597,5	572,6	316,6	305,4	159,3	153,7	85,9	83,2	61,6	53,1
3	613,7	611,9	322,7	323,4	161,0	162,0	86,0	85,1	54,1	55,8
4	601,2	604,4	319,6	320,8	158,8	154,4	88,2	89,5	53,5	51,0
5	619,8	614,8	327,3	321,9	162,9	154,4	86,3	84,2	54,9	57,5
6	611,6	616,2	323,9	325,2	159,3	153,7	87,3	86,2	55,1	54,5
7	601,1	614,5	320,3	325,5	158,7	157,7	87,5	85,3	56,5	56,0
8	615,1	605,5	324,6	322,1	160,4	162,1	88,2	88,0	56,0	60,1
9	599,0	606,0	319,5	321,5	160,0	163,1	89,0	87,8	51,2	54,2
10	620,1	602,1	326,2	320,3	158,2	160,2	85,2	87,5	58,6	55,2
11	617,0	619,6	326,2	327,1	153,3	158,5	87,8	88,1	56,8	55,6
12	607,1	617,6	323,1	325,6	162,4	154,2	89,4	86,0	53,0	55,9
Ortalama	607,8		321,8		158,6		86,8		55,5	
σ_{pt} (Horwitz, $\sigma_{pt}=0,02c^{0,8495}/mr$)	37,1		21,6		11,8		7,1		4,9	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	11,1		6,5		3,6		2,1		1,5	
s_x (örnek ort. std. sapması)	8,1		3,2		3,5		1,3		2,4	
s_w (örnek-İçi std. sapma)	9,3		4,2		2,0		1,4		1,8	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	7,3		3,5		0,0		1,1		0,5	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı² esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Kararlılık kontrolünde; yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün gerçekleştirilen homojenlik testi sonuçları referans kontrol değeri (t1 (kontrol)) olarak alınarak, yeterlilik test materyali gönderimi öncesi (t2) ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası (t3) olmak üzere toplam üç farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testleri, oda sıcaklığında muhafaza edilen yeterlilik test materyallerinden her seferinde 3 örneğin ikişer tekrar analiz edilmesi ile gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, homojenlik testi verilerinden elde edilen analiz sonuçları ortalaması (y_1) ile, yukarıda belirtilen zamanlarda iki tekrarlı olarak analiz edilen üçer örnekten elde edilen sonuçların ortalaması (y_x) arasındaki farka bakılmış ve $|y_1 - y_x| \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. σ_{pt} değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır. ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen bu kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te verilmektedir. Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin tüm analitler için çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (reçel), 11/03/2025 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı olarak gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan kendilerine gönderilen KOB012 kodlu çevrime özgü '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**'nu kullanarak, test materyalinde yer alan sorbik asit, benzoik asit, metil-p-hidroksibenzoat, etil-p-hidroksibenzoat ve propil-p-hidroksibenzoat için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Elektronik ortamda doldurulan formun, başvuru formunda belirtilen resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adresi üzerinden, çevrim koordinatörü e-posta adresine 10/04/2025 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 72 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme

	Sorbik asit			Benzoik asit			Metil-p-hidroksibenzoat			Etil-p-hidroksibenzoat			Propil-p-hidroksibenzoat		
	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3
Sıcaklık	Oda sıcaklığı			Oda sıcaklığı			Oda sıcaklığı			Oda sıcaklığı			Oda sıcaklığı		
Süre (gün)	-	7	45	-	7	45	-	7	45	-	7	45	-	7	45
n	24	6	6	24	6	6	24	6	6	24	6	6	24	6	6
Ortalama	607,8	606,3	615,9	321,8	318,2	316,4	158,6	160,5	162,1	86,8	84,7	88,8	55,5	55,3	56,2
Std.Sapma	8,1	7,6	9,3	3,2	4,0	3,4	3,5	4,3	5,7	1,3	4,1	1,0	2,4	4,8	1,8
0,3σ_{pt}		11,1			6,5			3,6			2,13			1,5	
 y1 - yX 	-	1,4	8,1	-	3,7	5,5	-	1,9	3,5	-	2,1	2,0	-	0,3	0,7
 y1 - yX ≤ 0,3σ_{pt} ?	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER

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, Lilliefors K-S testleri) değerlendirilmesi yanında görsel inceleme (histogram, QQ-plot, Kernel Density Plot) yapılmıştır. Değerlendirmeler sonucunda, tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir aktif madde için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşşı değeri (consensus value) kullanılmıştır. Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma UGRL-Stat istatistik programı kullanılarak ISO 13528 standardına uygun olarak Q/Hampel yöntemiyle belirlenmiştir². Sağlam ortalama atanmış değer (X_{pt}) olarak alınmış ve sağlam standart sapma ile de aşağıdaki formüle göre atanmış değerin standart belirsizliği $u(X_{pt})$ hesaplanmıştır¹

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

s^* : Sağlam (robust) standart sapma

p : Geçerli sonuç sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılmıştır². Sorbik asit, benzoik asit, metil-p-hidroksibenzoat, etil-p-hidroksibenzoat ve propil-p-hidroksibenzoatın tamamı için σ_{pt} , boyutsuz konsantrasyon $1,2 \times 10^{-7}$ 'den yüksek analitler için kullanılan ve aşağıda belirtilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

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

c : Atanmış değeri (X_{pt}) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir, örn: 1 ppm= 10^{-6})

mr : Boyutsuz kütle oranı (Örn: 1 ppm= 10^{-6})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansının değerlendirilmesinde ISO 13528 Standardı¹ ile uyumlu olarak atanmış değerin belirsizliği ($u(X_{pt})$) dikkate alınarak, performans z-skoru ya da z' skoru cinsinden ifade edilmektedir. Bu çevrimde tüm analitler için atanmış değerin belirsizliği ($u(X_{pt})$), yeterlilik standart sapmasına (σ_{pt}) oranla ihmal edilecek kadar küçük ($u(X_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$) olduğundan, performans

değerlendirmesinde atanmış değer belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir. 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 yorumlanmaktadır

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

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları, uygun ($|z| \leq 2$ aralığında yer alan) ve uygun olmayan ($|z| > 2$ aralığında yer alan) skorların sayısı Tablo 4'te, katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 5'te verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 6'da özetlenmektedir. Katılımcı z-skorları ayrıca Şekil 1 (Sorbik asit), Şekil 2 (Benzoik asit), Şekil 3 (Metil-p-hidroksibenzoat), Şekil 4 (Etil-p-hidroksibenzoat) ve Şekil 5 (Propil-p-hidroksibenzoat)'te histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları, uygun ve uygun olmayan z-skoru sayıları

Analitler	Sorbik asit (mg/kg)	Benzoik asit (mg/kg)	Metil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)	Etil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)	Propil-p- hidroksibenzoat (mg/kg)
Sonuç sayısı	72	71	29	29	19
Sonuç aralığı	173,24-643,8	72,57-606,8	106,07-186,3	69,4-98,8	42,84-59,3
Sonuçların ortalaması	582,8	299,7	152,8	79,0	52,0
Sonuçların ortancası	595,6	295,1	155,1	77,9	51,7
Atanmış değer (X_{pt})	599,7	294,7	154,1	78,3	52,0
Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	3,5	1,9	2,3	1,4	0,9
YT standart sapması (σ_{pt})	36,6	20,0	11,6	6,5	4,6
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	67	67	27	27	19
$ z > 2$ sonuç sayısı	5	4	2	2	0

Tablo 5. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
4	Sorbik-Benzoik analizinde mobil faz kullanımı MeOH:Buffer (70:30), PHB analizinde mobil faz kullanımı MeOH:Buffer (45:55)
10	Sorbik asit için LOQ yazarken excelden kaynaklı 2.7 değerini yazamadık bu nedenle değeri çift noktalı (2..7)yazdık. Benzoik asit için LOQ yazarken excelden kaynaklı 3.8 değerini yazamadık bu nedenle değeri çift noktalı (3..8)yazdık.
16	Sorbik asit ve Benzoik asit analizi dışındaki analizler akredite değildir.
19	Yeterlilik testleri akreditasyon kapsamına alınmalıdır.
27	Metil, Etil, ve Propil p-hidroksibenzoat analizleri için İşletme İçi Metot “İGKL.AT.04.04” (NMKL 124’den Modifiye Edilmiştir.) kullanılmaktadır. Katılımcı Kodu:27
32	Metot; NMKL No 124, 1997 Metil-p-hidroksibenzoat , Etil-p-hidroksibenzoat ve Propil-p-hidroksibenzoat Analizi,Akredite, HPLC DAD Dedektör, Kolon Bilgileri C18 kolon 20 ul, 25C
34	Katılımcı kodu :34
56	Sonuçlarda geri kazanım düzeltilmesi yapılmıştır.
58	PHB metot: İşletme İçi Metot“LTS.SOP.01.231Rev No 01” (NMKL124’ den Modifiye edilmiştir)

* Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

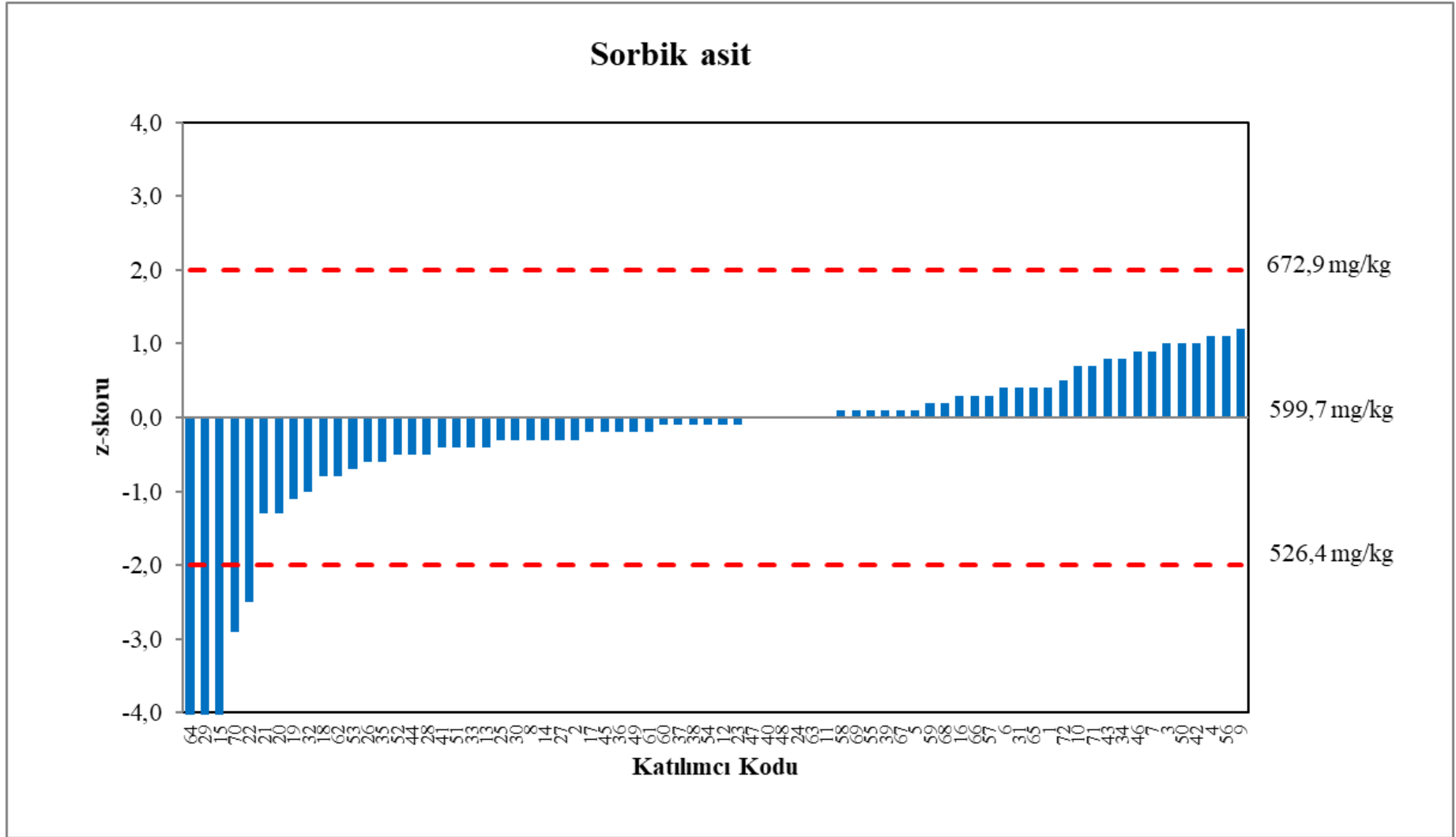
KOD	Sorbik asit			Benzoik asit			Metil-p-hidroksibenzoat			Etil-p-hidroksibenzoat			Propil-p-hidroksibenzoat		
	Atanmış Değer	599,7 mg/kg		Atanmış Değer	294,7 mg/kg		Atanmış Değer	154,1 mg/kg		Atanmış Değer	78,3 mg/kg		Atanmış Değer	52,0 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
01	615,6	20	0,4	306,7	20	0,6	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
02	590,4	4,08	-0,3	271,2	1,17	-1,2	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
03	635,8	5	1,0	289,9	5	-0,2	157	5	0,2	78,3	5	0,0	53,7	5	0,4
04	639,22	40	1,1	286,22	40	-0,4	160,77	3	0,6	74,65	3	-0,6	51,7	3	-0,1
05	604	10	0,1	302	10	0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
06	612,6	5,77	0,4	276	8,14	-0,9	135,6	9,21	-1,6	75,6	6,07	-0,4	Analiz edilmedi		
07	633	10	0,9	283	10	-0,6	159,6	10	0,5	83	10	0,7	57,4	10	1,2
08	588,2	6,5	-0,3	300,9	5,5	0,3	155,6	7	0,1	80,1	7	0,3	Analiz edilmedi		
09	643,8	3	1,2	302,4	3	0,4	155,1	3	0,1	85,3	3	1,1	Analiz edilmedi		
10	623,9	2,7	0,7	280,1	3,8	-0,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
11	600,2	10	0,0	297,7	10	0,2	132,5	10	-1,9	69,4	10	-1,4	Analiz edilmedi		
12	596,1	10	-0,1	299,9	10	0,3	155	10	0,1	75,4	10	-0,4	Analiz edilmedi		
13	586,7	6,1	-0,4	307,7	6,7	0,6	146,8	5,6	-0,6	92,4	6,5	2,2	Analiz edilmedi		
14	588,6	7	-0,3	273,2	7	-1,1	150,7	7	-0,3	77,4	7	-0,1	Analiz edilmedi		
15	302,6	2	-8,1	606,8	10	15,6	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
16	610	10	0,3	290	10	-0,2	142	4	-1,1	74	4	-0,7	53	4	0,2
17	590,8	10	-0,2	292,1	10	-0,1	147,1	10	-0,6	79,7	10	0,2	Analiz edilmedi		
18	571	15	-0,8	298	15	0,2	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
19	560,8	15	-1,1	272,5	15	-1,1	162,4	15	0,7	69,9	15	-1,3	50,7	15	-0,3
20	552,54	2,5	-1,3	292,11	2,5	-0,1	106,07	2,5	-4,2	73,77	2,5	-0,7	42,84	2,5	-2,0
21	550,6	5	-1,3	304,2	5	0,5	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
22	507,26	57,19	-2,5	260,21	50,85	-1,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
23	596,9	5	-0,1	287,9	5	-0,3	163,3	5	0,8	80,7	5	0,4	49,2	5	-0,6
24	599,4	5	0,0	303	5	0,4	165,4	5	1,0	69,7	5	-1,3	54	5	0,4

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (devam) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

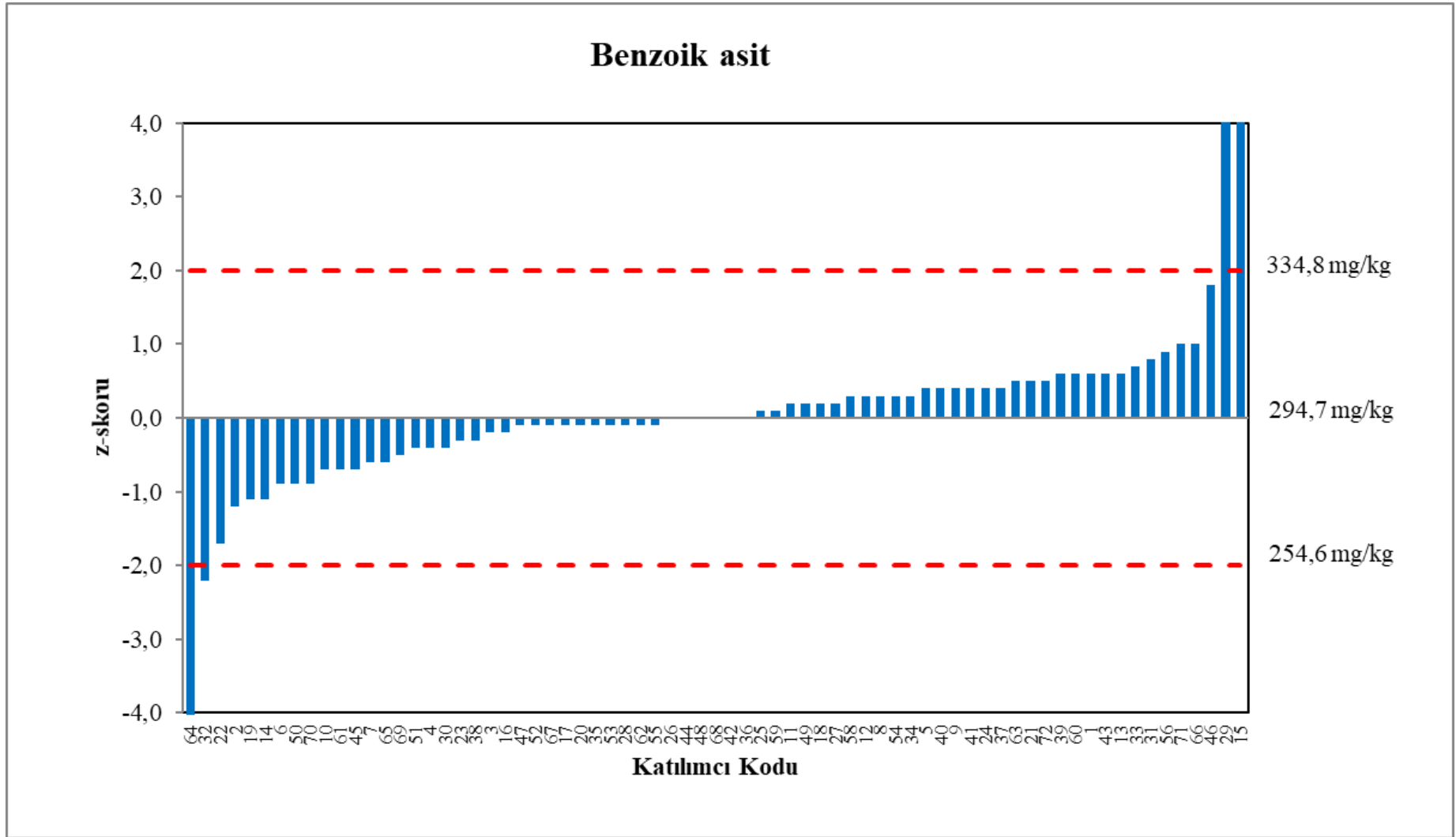
KOD	Sorbik asit			Benzoik asit			Metil-p-hidroksibenzoat			Etil-p-hidroksibenzoat			Propil-p-hidroksibenzoat		
	Atanmış Değer	599,7 mg/kg		Atanmış Değer	294,7 mg/kg		Atanmış Değer	154,1 mg/kg		Atanmış Değer	78,3 mg/kg		Atanmış Değer	52,0 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
25	587,1	10	-0,3	296,6	10	0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
26	576,7	1	-0,6	294,3	1	0,0	144,6	1	-0,8	76,7	1	-0,2	Analiz edilmedi		
27	590,3	5	-0,3	298,1	5	0,2	186,3	5	2,8	84,7	5	1,0	51,6	5	-0,1
28	582	20	-0,5	292,9	20	-0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
29	302,5	6,47	-8,1	595,8	6,76	15,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
30	587,7	10	-0,3	286,7	10	-0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
31	615	10	0,4	310	10	0,8	148	29	-0,5	78	32	0,0	54	44	0,4
32	562,99	10	-1,0	251,13	10	-2,2	151,11	2	-0,3	72,72	2	-0,9	52,61	2	0,1
33	585,1	0,3	-0,4	309,3	0,96	0,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
34	628,8	5	0,8	301	5	0,3	156,9	5	0,2	84,4	5	0,9	55	5	0,6
35	579,4	6,5	-0,6	292,9	7,7	-0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
36	592,3	5	-0,2	295,3	5	0,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
37	594,5	10	-0,1	303,4	10	0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
38	594,7	0,04	-0,1	288,8	0,5	-0,3	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
39	603,5	20	0,1	306,2	20	0,6	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
40	598,2	11	0,0	302,2	11	0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
41	583,4	10	-0,4	302,4	10	0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
42	638,1	20	1,0	295,1	20	0,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
43	628,5	4,2	0,8	307	4,5	0,6	160,1	5	0,5	98,8	5	3,2	59,3	5	1,6
44	580,5	20	-0,5	294,4	20	0,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
45	592	5	-0,2	281	5	-0,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
46	631	10	0,9	331,1	10	1,8	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
47	598,1	9,4	0,0	292	9,6	-0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
48	598,6	2,1	0,0	294,9	3,2	0,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (devam) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

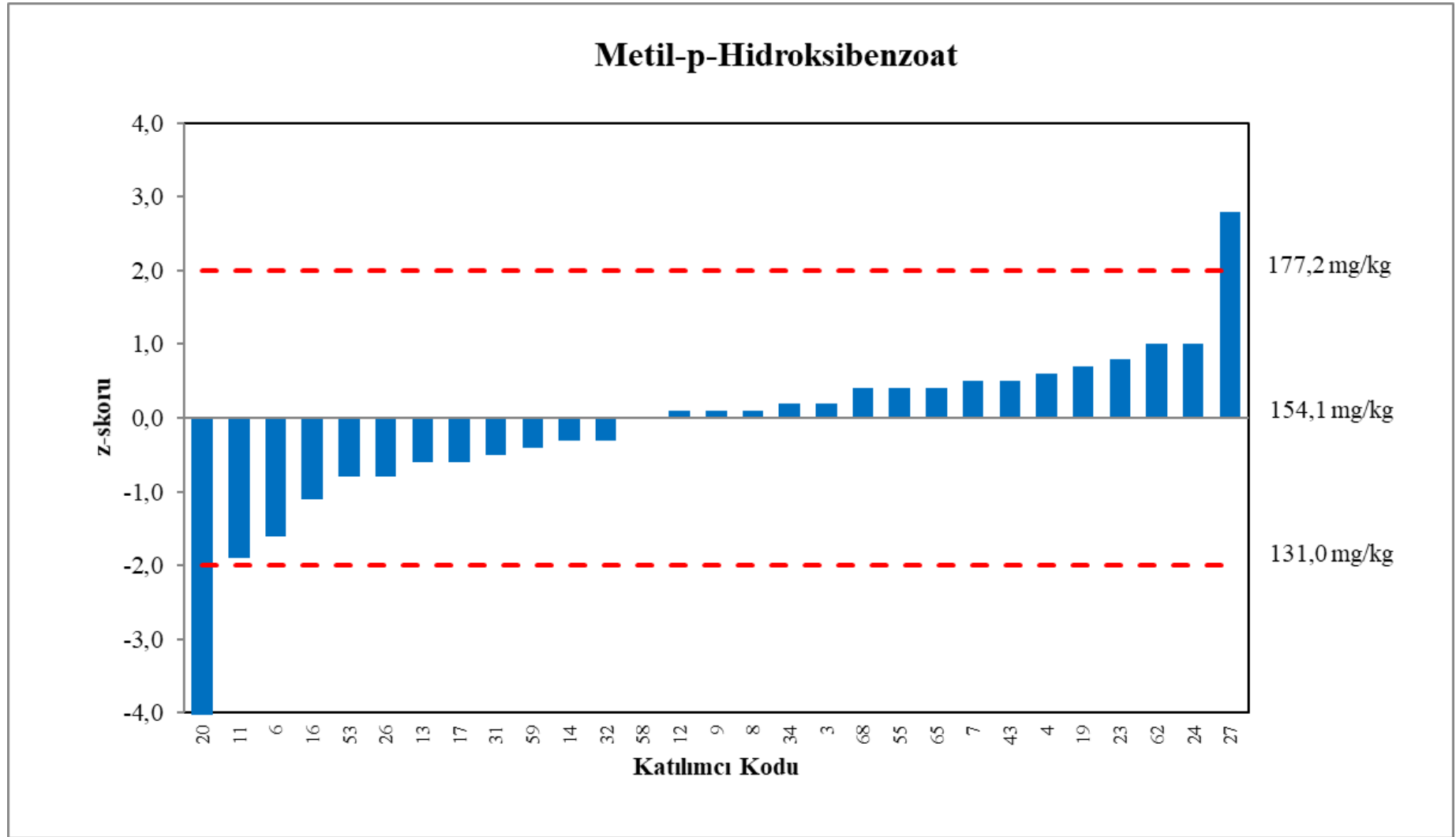
KOD	Sorbik asit			Benzoik asit			Metil-p-hidroksibenzoat			Etil-p-hidroksibenzoat			Propil-p-hidroksibenzoat		
	Atanmış Değer	599,7 mg/kg		Atanmış Değer	294,7 mg/kg		Atanmış Değer	154,1 mg/kg		Atanmış Değer	78,3 mg/kg		Atanmış Değer	52,0 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
49	592,5	1,6	-0,2	297,8	1,5	0,2	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
50	636,65	15	1,0	276,74	14,6	-0,9	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
51	584,3	10	-0,4	285,8	20	-0,4	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
52	580,4	10	-0,5	292	16	-0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
53	574,1	5	-0,7	292,9	5	-0,1	144,6	2,5	-0,8	81,3	2,5	0,5	49,1	2,5	-0,6
54	595	5	-0,1	301	5	0,3	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
55	603,2	6	0,1	293,1	6	-0,1	158,4	2	0,4	77,8	2	-0,1	Analiz edilmedi		
56	639,5	15	1,1	313,7	15	0,9	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
57	612,3	18,3	0,3	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
58	601,8	1,1	0,1	299,8	2,1	0,3	154,7	1,4	0,0	84,4	1,5	0,9	54,7	1,6	0,6
59	605,7	5	0,2	296,8	5	0,1	149,3	0,5	-0,4	77,9	0,5	-0,1	49,5	0,5	-0,6
60	594,2	9,24	-0,1	306,5	5,16	0,6	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
61	592,7	16,37	-0,2	280,3	16,34	-0,7	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
62	571,8	2	-0,8	293,1	2	-0,1	165,3	2	1,0	78,7	2	0,1	49,6	2	-0,5
63	600,1	7,2	0,0	303,8	12,4	0,5	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
64	173,24	13,91	-11,6	72,57	14,06	-11,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
65	615,2	6	0,4	283,6	6	-0,6	158,5	5	0,4	77,4	5	-0,1	50,4	5	-0,4
66	610,8	7	0,3	315	7	1,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
67	604	0,36	0,1	292	4,98	-0,1	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
68	608,2	11	0,2	295,1	13	0,0	158,4	6	0,4	77,6	6	-0,1	48,8	6	-0,7
69	602	5	0,1	285	5	-0,5	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
70	492,9	43,1	-2,9	276,9	43,7	-0,9	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
71	625	5,5	0,7	314	5,1	1,0	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		
72	616,9	3	0,5	305,2	3	0,5	Analiz edilmedi			Analiz edilmedi			Analiz edilmedi		



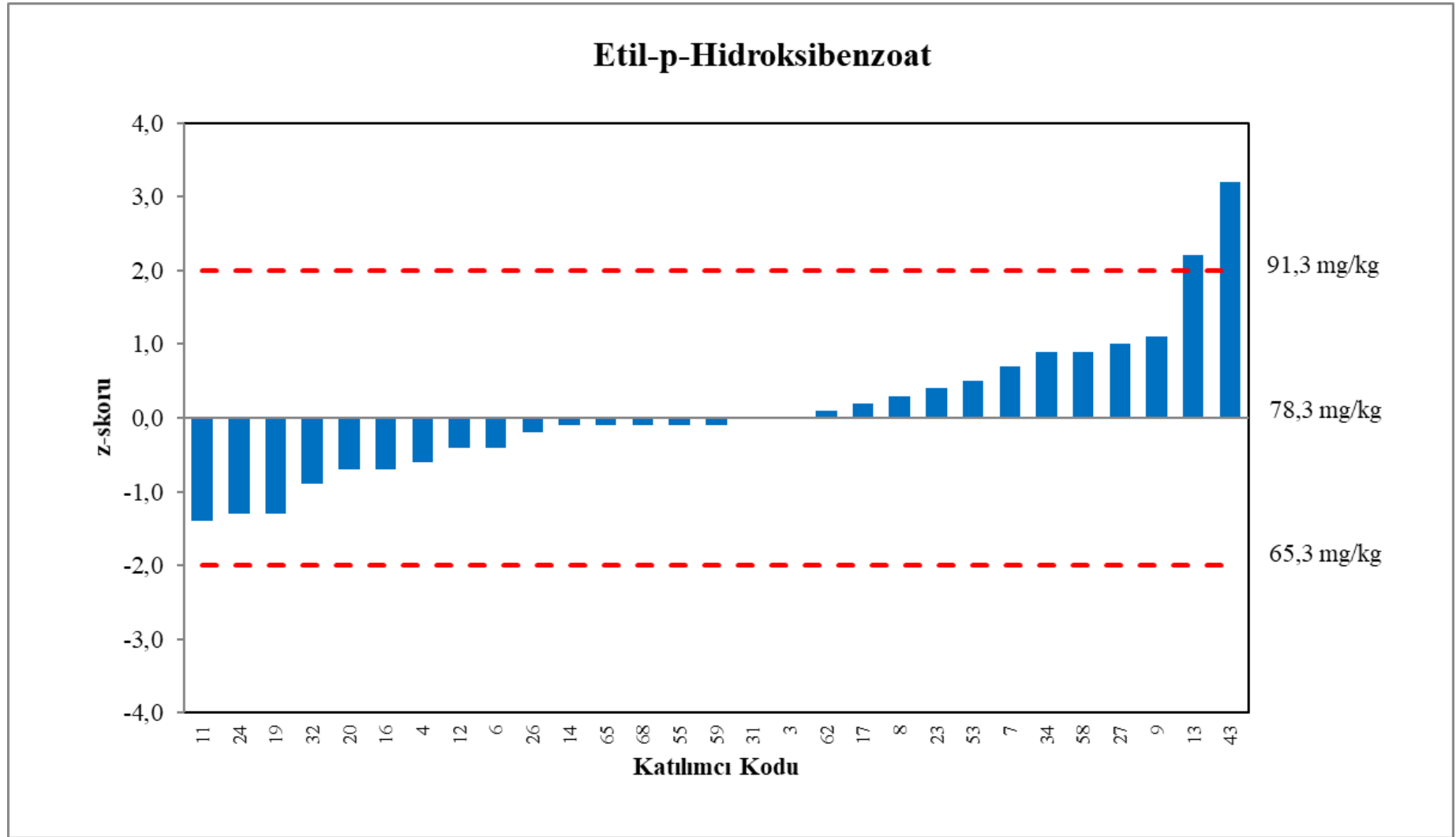
Şekil 1. Sorbik Asit için z-Skorları Histogramı



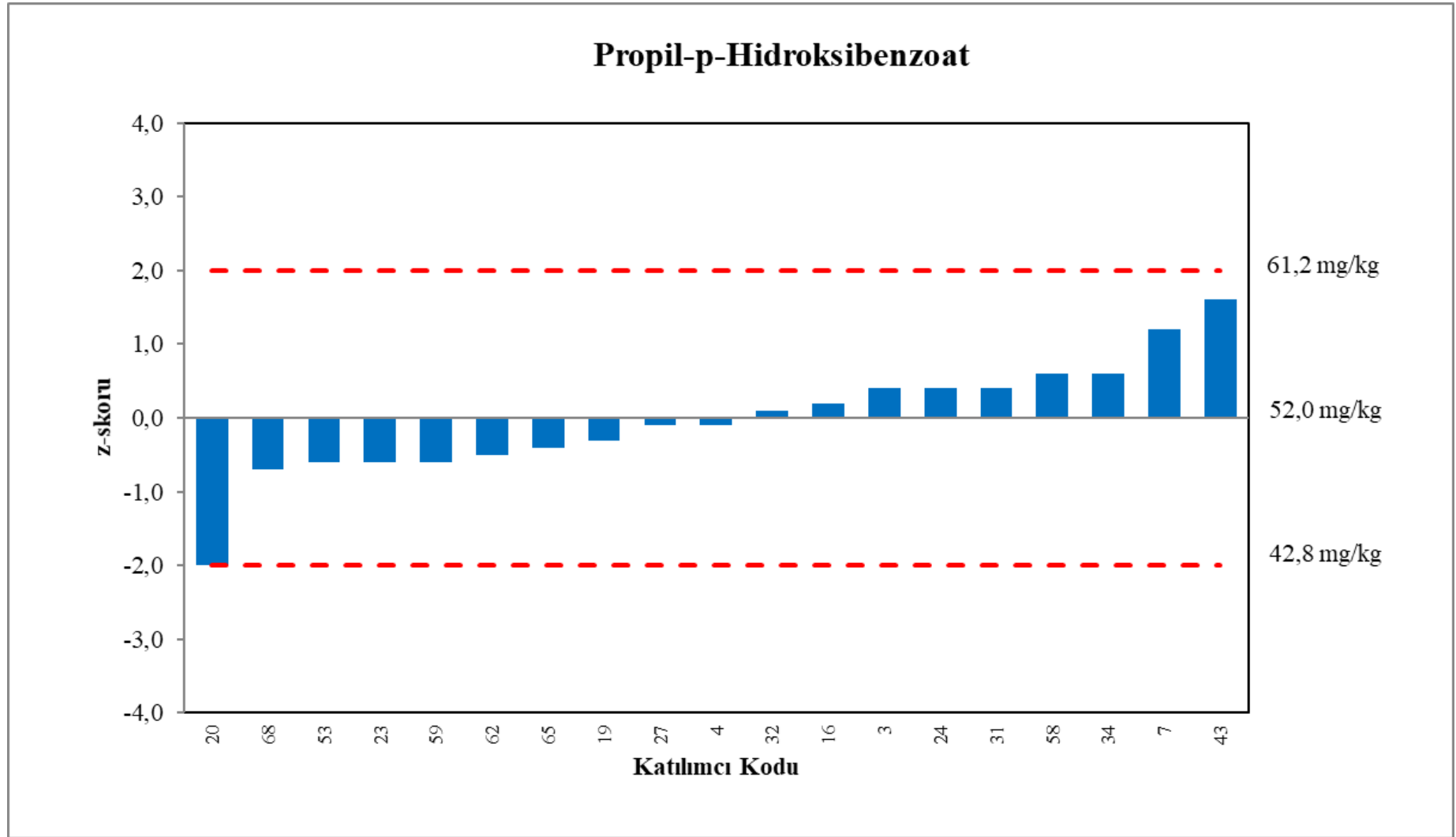
Şekil 2. Benzoik Asit için z-Skorları Histogramı



Şekil 3. Metil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları Histogramı



Şekil 4. Etil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları Histogramı



Şekil 5. Propil-p-hidroksibenzoat için z-Skorları Histogramı

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 7’de sunulmaktadır.

Tablo 7. Katılımcı analiz bilgileri

Tüm analitler aynı metotla analiz edilmektedir	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 19 20 21 22 23 24 26 28 29 31 35 37 38 39 40 41 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 54 55 56 59 60 61 62 63 64 65 67 68 69 70 71 72
Hayır/Bildirilmedi	04 18 25 27 30 32 33 34 36 42 53 57 58 66
Kullanılan Metotun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu
NMKL 124	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 33 34 35 37 38 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 54 55 56 58 59 60 61 62 63 64 65 66 68 69 71 72
AOAC Vol.76/2 1993	32 39 70
Journal of Chromatography A,883,229-304	67
İşletme İçi Metot	57
Bildirilmedi	36 53
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 05 06 08 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 31 32 34 35 36 37 38 39 40 43 45 46 48 49 50 51 52 54 55 57 58 59 61 63 64 65 66 68 69 70 71 72
Hayır	07 09 10 30 33 41 42 44 47 56 60 62 67
Bildirilmedi	53
Kullanılan cihaz/teknik:	Laboratuvar Kodu
HPLC	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72
Bildirilmedi	36 53

Alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu
≥1-<5	07 15 16 17 19 20 34 36 40 41 42 43 44 57 59 66 67 69 70
≥5-<10	01 02 03 04 05 06 08 09 10 11 12 13 14 18 21 22 23 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 37 38 39 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 58 60 61 62 63 64 65 68 71 72
≥10-<20	24
HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi:	Laboratuvar Kodu
Solvent ekstraksiyonu	01 02 05 06 08 12 13 15 16 18 20 21 22 24 25 26 27 29 30 33 34 35 36 37 38 39 40 43 45 47 48 49 50 52 53 55 56 59 60 62 63 64 65 66 68 69 71 72
Sıvı/sıvı dağılımı	03 04 11 14 17 19 28 42 44 54 57 58 61
Su ekstraksiyonu	07 09 23 32 70
pH ayarlaması	46
Katı/Sıvı	10
Bildirilmedi	31 41 51 67
Dedektör tipi:	Laboratuvar Kodu
DAD	01 02 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 19 21 22 23 24 25 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 40 42 43 47 49 50 51 52 53 55 56 58 61 62 63 64 65 69 70 71 72
UV	03 20 26 44 46 54 59 60 66 67
UV/Vis	04 18
PDA	39 41 45 68
MSMS	57
Kolon dolgu materyali:	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72
Phenyl	50

Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
<5	14
≥5-<10	12 27 58 64
≥10-<25	02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 13 15 16 18 19 20 21 22 24 26 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 54 55 59 60 62 63 65 66 67 68 69 70 71 72
≥25-<50	01 17 25
≥50-<100	53 56 57
≥100	23 61
Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
<20	38 44
≥20-<50	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72
Mobil faz bileşenleri	Laboratuvar Kodu
Metanol:Asetat Tampon	01 02 04 06 07 08 09 10 11 13 14 15 16 18 20 21 22 23 25 28 29 33 35 40 41 43 44 45 47 48 49 54 55 57 58 59 60 61 62 65 66 69 70 71
Ultra Saf Su, Metanol, Asetik Asit	03 05 12 17 19 24 26 30 37 51 53 72
Metanol, Asetik Asit	38 52 56
Metanol , Su	42 46
Su-Asetonitril-KH ₂ PO ₄ -TFA	32
Metanol, Fosfat tamponu	34
Tampon, Metanol	36
0,0125 M KH ₂ PO ₄ fosfat tampon/ACN	39
Amonyum Asetat: Asetonitril	67
Bildirilmedi	27 31 50 63 64 68
Mobil faz izokratik mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 06 07 08 09 10 12 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 31 33 35 36 37 38 39 41 44 45 46 48 49 51 52 53 54 55 56 58 59 60 62 63 65 66 67 68 69 70 72
Hayır(Gradient)	04 05 11 29 30 42 47 50 57 61 64 71
Bildirilmedi	13 32 34 40 43

Kullanılan standartların markası (Sorbik Asit):	Laboratuvar Kodu												
Dr.Ehrenstorfer	05	06	07	09	10	13	14	19	21	26	27	34	36
	38	43	44	51	53	58	61	64	65	66	68	71	72
Sigma/Aldrich	02	03	04	16	17	18	25	30	33	39	40	41	46
	48	50	52	56	60	63	67	69					
HPC	08	11	22	23	32	42	59	70					
Supelco	15	28	37	49	55								
Merck	45	47	54										
A2S	01												
Alfa Easer	20												
AccuStandard	35												
BLDpharm	24												
Chem Service	62												
CPA	12												
LGC	57												
TechLab	29												
Diğer	31												
Kullanılan standartların markası (Benzoik Asit):	Laboratuvar Kodu												
Dr.Ehrenstorfer	02	05	06	07	09	10	13	14	19	21	26	27	29
	34	36	38	43	44	51	53	58	61	64	65	66	68
	71	72											
Sigma/Aldrich	03	04	16	17	18	25	30	39	46	48	50	52	56
	60	67											
Merck	33	41	45	47	54	63	69						
HPC	08	11	22	23	59	70							
Supelco	15	28	37	49	55								
Chem Service	32	35	62										
CPA	12	42											
A2S	01												
Alfa Easer	20												
BLDpharm	24												
ChemSolute	40												
Diğer	31												

Kullanılan standartların markası (Metil-p-hidroksibenzoat):	Laboratuvar Kodu											
Dr.Ehrenstorfer	13	14	19	26	27	53	55	58	59	65	68	
Sigma/Aldrich	03	04	7	16	17	20	23	34				
HPC	08	09	11	24								
Chem Service	62											
Chiron	32											
CPA	12											
Fluka	31											
Merck	43											
SRL	06											

Kullanılan standartların markası (Etil-p-hidroksibenzoat):	Laboratuvar Kodu											
Dr.Ehrenstorfer	06	13	14	19	26	27	53	55	58	59	65	68
Sigma/Aldrich	03	04	7	16	17	20	23	34				
HPC	08	09	11	24								
Chem Service	32	62										
CPA	12											
Fluka	31											
Merck	43											

Kullanılan standartların markası (Propil-p-hidroksibenzoat):	Laboratuvar Kodu											
Sigma/Aldrich	03	04	07	16	20	23	34					
Dr.Ehrenstorfer	19	27	53	58	65	68						
HPC	24	59										
Chem Service	62											
Chiron	32											
Fluka	31											
Merck	43											

7. GÖZLEMLER

Toplam 72 katılımcı laboratuvar ile gerçekleştirilen “KOB012 Reçelde Sorbik Asit, Benzoik Asit, Metil-p-hidroksibenzoat, Etil-p-hidroksibenzoat, Propil-p-hidroksibenzoat Aranması Yeterlilik Testi Çevrimi”nde sorbik asit için 72 katılımcının tamamı tarafından sonuç bildirilirken, benzoik asit için 71, metil-p-hidroksibenzoat ve etil-p-hidroksibenzoat için 29, propil-p-hidroksibenzoat için 19 katılımcı tarafından sonuç bildirilmiştir. Yeterlilik testi sonuçlarına göre; uygun performans ($|z| \leq 2$) oranları sorbik asit, metil-p-hidroksibenzoat ve etil-p-hidroksibenzoat için % 93, benzoik asit için % 94, propil-p-hidroksibenzoat için % 100’dür. Yeterlilik testinde genel başarı oranının yüksek olduğu görülmektedir.

Katılımcı sonuçları incelendiğinde, sorbik asit için 72 katılımcıdan 5 tanesinin, benzoik asit için ise 71 katılımcıdan 4 tanesinin uygun olmayan z-skoru aldığı görülmektedir. Bu katılımcılar arasında,

sadece sorbik asit ve benzoik asit için sonuç bildiren 15, 29 ve 64 nolu katılımcıların her iki parametre için de uygun olmayan sonuç aldığı görülmektedir. Bu katılımcılardan 15 ve 29 nolu katılımcıların iki analite ait analiz sonuçlarını bildirirken sonuçları ters girdikleri (birbirinin yerine) düşünülmele birlikte, bu laboratuvarların yine de kendi sonuçlarını gözden geçirmesi gerekmektedir. Bununla birlikte, yine her ki analit için başarısız sonuç alan 64 nolu katılımcının bildirdiği her iki sonucun da atanmış değere oranla çok düşük olduğu görülmektedir. Bu laboratuvarın analiz metodu, standart, cihaz gibi analiz sonuucunu etklileyebilecek tüm unsurları gözden geçirerek düşük sonuçların sebebini bulması ve gerekli düzeltici faaliyetleri gerçekleştirmesi gerekmektedir. Metil-p-hidroksibenzoat ve etil-p-hidroksibenzoat için 29 katılımcıdan 2 katılımcının uygun z skoru aralığı dışında kaldığı görülmektedir. Propil-p-hidroksibenzoat için ise 19 katılımcının tamamı uygun z skoru almıştır.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz bilgileri incelendiğinde, katılımcıların çoğunun (% 90) analizi NMKL 124 metodu ile gerçekleştirdiği görülmektedir. Katılımcıların % 80'i analizde akredite olduğunu bildirmiştir. Katılımcıların tamamı analizi HPLC kullanılarak gerçekleştirmektedir. Analizde çoğunlukla DAD dedektör ve C18 kolon kullanıldığı bildirilmiştir. Analizde farklı katılımcılar tarafından farklı marka standartlar kullanılmakla birlikte sonuçların uyumlu olması, analizde farklı marka analitik standartlardan kaynaklanan herhangi bir olumsuzluk olmadığını göstermektedir.

8. REFERANSLAR

- (1) ISO 13528:2022 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”.
- (2) 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.