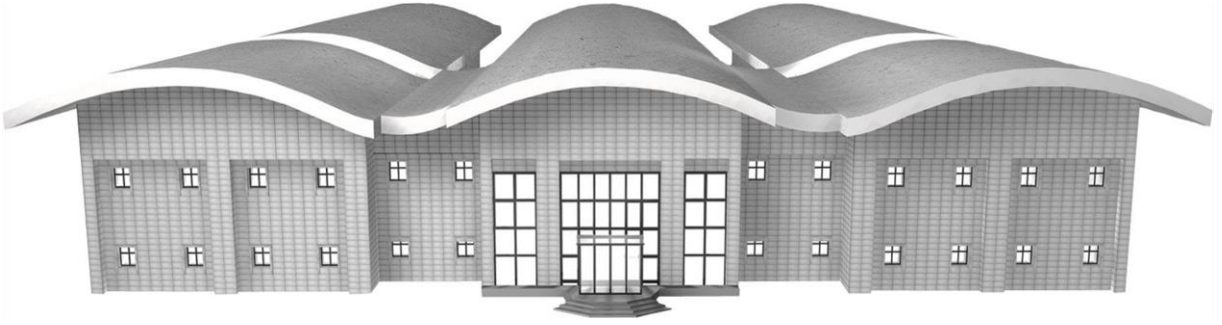




**T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ

Güncelleme 06 – 08/04/2022

**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
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>



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

İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	3
2. ORGANİZASYON	3
3. YETERLİLİK TESTİ (YT) ÇEVİRİMLERİNİN YÜRÜTÜLMESİ	4
3.1.YT PROGRAMININ DUYURULMASI VE BAŞVURU	4
3.2.TEST MATERYALİNİN HAZIRLANMASI VE GÖNDERİLMESİ	5
3.2.1. Yeterlilik Test Materyali (YTM) Hazırlanması, Homojenliği ve Kararlılığı	5
3.2.2. YTM Gönderilmesi	5
3.3. SONUÇLARIN GÖNDERİLMESİ	6
3.4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	7
3.4.1. Atanmış Değer	7
3.4.2. Yeterlilik Testi Standart Sapması	8
3.4.3. Performans Değerlendirmesi.....	9
3.5. YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU	10
4. GİZLİLİK.....	11
5. REFERANSLAR	12



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

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden belirlenmiş 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 testleri, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalite güvencesini sağlarken; analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

“Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği” “Kontroller” başlıklı 28’ inci maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır[1].

2. ORGANİZASYON

Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü (UGRL), “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik” “Laboratuvarın Oluşumu ve Faaliyet Alanları” başlığı 5’inci maddesi 2’inci fıkrası e bendi hükmüne dayanarak yeterlilik testleri düzenler[2].

UGRL bünyesinde düzenlenen tüm yeterlilik testi programları “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardı esas alınarak düzenlenmekte ve değerlendirmeler de aynı standardın ışığında uluslararası standartlar ve makalelere göre yapılmaktadır[3].

Yeterlilik test çevrimleri, analizin gerçekleştirildiği bölümde; yetkilendirilmiş personel tarafından ilgili Çevrim Koordinatörü ve Yeterlilik Testleri Koordinatörü sorumluluğunda yürütülür.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeron verilebilir. Taşeron kullanılması durumunda, ilgili analizde ISO 17025 standardından akredite olan bir taşeron görev verilir. Taşeronun yaptığı faaliyetten UGRL sorumludur. ‘**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**’nda taşeron kullanılan hizmetler belirtilir.



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

3. YETERLİLİK TESTİ (YT) ÇEVİRİMLERİNİN YÜRÜTÜLMESİ

3.1.YT PROGRAMININ DUYURULMASI VE BAŞVURU

Yıllık olarak hazırlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI**’ ve bu program doğrultusunda hazırlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ UGRL resmi internet sayfasında (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) yayınlanarak duyurulur. ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI**’ nda yıl içerisinde değişiklik olması durumunda (çevrim ilavesi veya iptali) güncellenen program UGRL resmi internet sayfasında yayınlanır ve “Duyurular” bölümünde programda güncelleme yapıldığına dair bilgi verilir. Çevrim iptali veya ertelenmesi durumlarında katılımcılara ayrıca resmi yazı ile bildirim yapılır. Çevrimin iptal olması durumunda katılımcılara ücret iadesi yapılır.

Yayınlanan ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ müşteri tarafından elektronik ortamda doldurup, çıktısı kurum yetkilisi veya eşdeğer bir yetkili kişi tarafından imzalandıktan sonra UGRL’ ye posta ile gönderilir. Elektronik Belge Yönetim Sistemi (EBYS) kullanan müşteriler formu “**e-belge**” olarak gönderirler. Müşteri tarafından doldurularak UGRL’ ye gönderilen ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’ ücretin yatırılmasını takiben sözleşme olarak kabul edilir. Başvuru yapan müşteri UGRL ‘**YETERLİLİK TESTLERİ GENEL PROTOKOLÜ**’ hükümlerini kabul etmiş olur. Formda belirtilen irtibat kişisi e-posta adresi kurumun veya yetkili kişilerin resmi e-posta adresi olmalıdır. Çevrim ile ilgili tüm bildirim ve talepler (sonuçlar, sorun bildirimleri vb.) başvuru formunda beyan edilen e-posta adresi ile yapılmalıdır. Beyan edilen e-posta adresinin dışında bir e-posta adresinden gönderilen bildirimler ve talepler işleme alınmaz. İletişim bilgilerinde daha sonradan olabilecek değişiklikler resmi yazı ile UGRL’ye bildirilmelidir. İletişim bilgilerinin doğruluğundan ve güncelliğinden katılımcı sorumludur.

UGRL katılımcıların gizliliğinin korunmasının sağlanması kaydıyla; katılımcılar ve/veya diğer müşteriler ile müşterinin taleplerini açıklığa kavuşturma ve yapılan işle ilgili performansı izleme konularında işbirliği yapar. UGRL resmi yazı ile yapılan talepleri değerlendirerek müşteri/katılımcının çevrimlerin nasıl planlandığı ve gerçekleştiği ile ilgili bilgi sahibi olmasını sağlar.



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

3.2.TEST MATERYALİNİN HAZIRLANMASI VE GÖNDERİLMESİ

3.2.1. Yeterlilik Test Materyali (YTM) Hazırlanması, Homojenliği ve Kararlılığı

YT çevriminin özelliğine bağlı olarak üç farklı tipte YTM (Standart Çözeltisi, Standart İlave Edilen (Spike) YTM, Doğal Kontamine YTM) hazırlanabilir. Hazırlanan YTM gönderileceği kaplara aktarılır ve etiketlenir.

Homojenlik ve kararlılık testleri “ISO 13528 – Statistical Methods For Use In Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison” standardına göre yapılmaktadır[4]. Homojenlik testi sonucu yeterli homojenliği sağladığı istatistiksel olarak gösterilen YTM katılımcılara gönderilir. YTM’nin çevrim süresi boyunca yeterince kararlı kaldığını göstermek üzere, kargo koşullarını da yansıtacak şekilde kararlılık testleri gerçekleştirilir. Kararlı olmayan analit için katılımcı performansı değerlendirilmez, o analite ait katılımcı sonuçları ve özet istatistik bilgi amaçlı olarak verilir.

3.2.2. YTM Gönderilmesi

YTM gönderilirken katılımcıların ‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI BAŞVURU FORMU**’nda beyan ettikleri iletişim bilgileri esas alınır. Bu bilgilerin doğruluğundan katılımcı sorumludur. Beyan edilen bilgilerde bir değişiklik olması durumunda katılımcı tarafından YTM gönderim tarihinden en az 1 hafta önce UGRL’ye bildirim yapılmalıdır.

‘**YETERLİLİK TEST PROGRAMI**’ nda belirtilen “Katılım Ücreti Son Ödeme Tarihi” ne kadar ödeme yapmayan katılımcıya test materyali gönderilmez. Kargo gönderim ücreti YT ücretine dahil olduğundan, kargo için katılımcıdan herhangi bir ücret talep edilmez.

Katılımcılara YTM ile birlikte ilgili çevrime ilişkin detaylı bilgileri, uygulama esaslarını ve sonuç bildirimine ilişkin bilgileri içeren ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ gönderilir. Bu formda katılımcının, YT çevrimi ile ilgili tüm sonuç ve değerlendirmelerini takip edeceği katılımcı kodu bulunmaktadır. Katılımcı kodları her bir çevrim için ayrı ve rastgele belirlenmektedir. Formda ayrıca o çevrimden sorumlu Çevrim Koordinatörünün adı ve e-posta bilgisi bulunur. Katılımcılar sonuçlarını bu e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin her ikisine birden gönderirler.

Kargo gönderimini takiben katılımcıların beyan ettiği e-posta adreslerine kargonun gönderim tarihi ve muhtemel varış tarihi, hangi kargo firması ile gönderildiği gibi bilgileri içeren bilgilendirme mesajı gönderilir.



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

YTM'nin katılımcıya uygun olmayan şekilde ulaşması durumunda, katılımcının UGRL resmi internet sayfası (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) üzerinde yayınlanan '**SORUN BİLDİRİM FORMU**' aracılığı ile YTM gönderim tarihinden itibaren 7 gün içerisinde UGRL'ye bildirim yapması gerekmektedir. Form doldurulduktan sonra Çevrim Koordinatörü e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin (ugrl@tarimorman.gov.tr) her ikisine birden gönderilir. Test materyali gönderim tarihinden itibaren 7 gün içerisinde sorun bildirilmemiş ise, test materyalinin uygun şekilde katılımcıya ulaştığı kabul edilir ve bu tarihten sonra yapılan bildirimler dikkate alınmaz.

Katılımcının test materyalinin uygun şekilde teslim almasından sonra meydana gelecek her türlü dökülme, kırılma, yanlış muhafaza sorunları katılımcının sorumluluğundadır.

'**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**'nun "Test Materyaline Uygulanacak İşlemler" bölümünde özel koşul/lar belirtilmediği sürece, Yeterlilik Test Materyali rutin analize gelen numune gibi işleme alınmalıdır.

3.3. SONUÇLARIN GÖNDERİLMESİ

Yeterlilik Test Materyalinin analizinden elde edilen sonuçlar, UGRL resmi internet sitesinde (<http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>) yayınlanan ilgili çevrime ait '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**' aracılığı ile analiz sonucu son bildirim tarihinden önce bildirilmelidir. Yanlış okumaların önüne geçebilmek adına formun elle değil, elektronik ortamda doldurulması gerekmektedir. Sonuçlar, katılımcıların başvuru esnasında beyan ettikleri resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adresi kullanılarak **Çevrim Koordinatörü e-posta adresi** ile UGRL e-posta adresinin (ugrl@tarimorman.gov.tr) her ikisine birden gönderilir. Başvuru formunda beyan edilen e-posta adresinde değişiklik olması durumunda resmi yazı ile UGRL'ye bildirim yapılır. Başvuru formunda belirtilenin haricinde bir e-posta adresi kullanılarak gönderilen sonuçlar ile "Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim" tarihinden sonra UGRL'ye ulaşan sonuçlar işleme alınmaz.

- a)** Katılımcılar yeterlilik test materyalinin analizini kendileri yapmalıdır ve bilgilerini paylaşmamalıdır. Katılımcıların kendi sonuçlarını göndermemeleri, yeterlilik testine katılmış olma amacına aykırıdır. UGRL, atanmış değer in önceden bilinmemesi, sonuç son bildirim tarihinden sonra sonuç kabul edilmemesi gibi önlemler almış olsa da, profesyonel davranma sorumluluğu katılımcılardadır. Bu tedbirlere rağmen katılımcılar arasında hile veya tahrifat şüphesinden emin olunması durumunda katılımcıların sonuçları değerlendirmeye alınmayarak raporda belirtilir.



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

Kantitatif sonuç beklenen çevrimlerde katılımcıların bildirdiği sayısal olmayan sonuçlar için aşağıda belirtilen yollar izlenir:

- Katılımcının ‘Tespit edilemedi’ veya ‘<LOQ’ şeklinde sonuç bildirmesi gerekiyorsa mutlaka LOQ (tespit limit) değerini sayısal olarak bildirmelidir. Aksi durumda uygunsuzluk olarak rapora yansıtılır.
- Katılımcı LOQ değerini ‘< sayısal değer’ olarak bildirdiyse, bildirmiş olduğu değer atanmış değer standart belirsizliği ile olan farkından ($x_{pt} - u(x_{pt})$) küçükse uygunsuzluk olarak rapora yansıtılır, büyükse uygunsuzluk olarak rapora yansıtılmaz. Her iki durumda da performans değerlendirmesi yapılmaz.
- Sayısal olmayan sonuçlar atanmış değer hesabına katılmaz.
- Sayısal olmayan sonuç sayısının oranı fazlaysa ve diğer sonuçlardan atanmış değer hesaplanamıyorsa ($p < 12$) atanmış değer olarak YT sağlayıcının homojenlik verilerinin ortalaması atanmış değer olarak kullanılır.

3.4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

3.4.1. Atanmış Değer

Çevrim sonuçlarının doğruluğunun kontrolü için atanmış değer kullanılır. Bunun için katılımcı sonuçlarından sağlam istatistiksel yöntemler kullanılarak bir uzlaşma değeri hesaplanır [4, 5, 6]. Bu uzlaşma değeri atanmış değer olarak kullanılır. Sağlam istatistiksel yöntemler normal dağılıma uygunluğu gösterilen veri setinin merkez kısmını tanımlar. Bu yöntemde aykırı değer olarak tanımlanan verilerin uzaklaştırılmasına gerek yoktur. Tüm verilerden (kaba hatalar hariç) sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanır.

YT çevriminde katılımcı sonuçlarından sağlam istatistiksel yöntemler kullanılarak ortalama ve standart sapmanın elde edildiği durumlarda geçerli veri sayısının 12’den fazla olması gerekmektedir.

Başvuru sayısının yetersiz olduğu durumlarda ($p \leq 12$) atanmış değer olarak UGRL tarafından gerçekleştirilen homojenlik testi ortalaması kullanılır.

Atanmış değer standart belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanır:



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

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

s^* = katılımcı sonuçlarının sağlam standart sapması

p = uygun veri sayısı

Eğer atanmış değerin standart ölçüm belirsizliği $u(x_{pt})$ YT standart sapmasından büyükse, katılımcıdan kaynaklanmayan ancak atanmış değerin hatalı belirlenmesi nedeniyle bazı katılımcıların hareket ve uyarı sinyalleri içine gireceği bir risk oluşturur. Bu nedenle atanmış değerin standart ölçüm belirsizliği belirlenerek katılımcılara bildirilir. Eğer aşağıdaki koşul sağlanıyorsa;

$$u(x_{pt}) \leq 0,3\sigma_{pt}$$

atanmış değerin belirsizliği ihmal edilebilir ve YT çevrim sonuçlarının yorumlanmasında atanmış değer belirsizliğinin kullanılmasına gerek yoktur.

$$u(x_{pt}) > 0,3\sigma_{pt} \text{ olduğunda,}$$

performans skorunun paydası genişletilerek belirsizlik hesaba katılır. Bu istatistiğe z' skoru adı verilir ve performans değerlendirmesinde bu skor kullanılır.

3.4.2. Yeterlilik Testi Standart Sapması

Performans değerlendirmesinde karşılaştırma yapılması için atanmış değerden sapmayı ölçmek gerekir. Bunun için yeterlilik testi standart sapması (σ_{pt}) kullanılır ve çevrimin özelliğine göre “ISO 13528 – Statistical Methods For Use In Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison”da belirtilen aşağıdaki yöntemlerden biri kullanılarak elde edilir:

- a)** Yasal otorite ve/veya uzman görüşleri doğrultusunda katılımcılar için uygun olduğu düşünülen performans düzeyine eşdeğer bir değere ayarlanabilir (Örneğin pestisit analizi yeterlilik testlerinde DG SANTE dokümanı ve Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü (GKGM) talimatına uygun olarak RSD değeri %25 olduğundan σ_{pt} buna göre belirlenir) [7, 8].
- b)** Yeterlilik testi standart sapması, ölçüm metodunun tekrar üretilebilirliği için genel bir modelden türetilir. Kimyasal uygulamalar için ortak bir genel model Horwitz tarafından tanımlanmış ve Thompson tarafından modifiye edilmiştir[9].



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

$$\begin{aligned} c < 1,2 \times 10^{-7} \\ 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ c > 0,138 \end{aligned} \quad \text{için} \quad \sigma_{pt} = \begin{cases} 0,22c \\ 0,02c^{0,8495} \\ 0,01c^{0,5} \end{cases}$$

$0 \leq c \leq 1$ arasında değişen kimyasalın kütle fraksiyonudur.

Örneğin; bir yeterlilik testi çevriminde σ_{pt} ' yi belirlemek için konsantrasyon 12 ppb olduğunda önce konsantrasyon birimsiz hale dönüştürülür ($c=0,000000012$). Yukarıdaki kritere ($c < 1,2 \times 10^{-7}$) göre $\sigma_{pt}=0,22c$

$$\sigma_{pt}=0,22 \times 0,000000012$$

$\sigma_{pt}=0,00000000264$ elde edilir. Bu değer 10^{-9} ile bölünerek birimli hale dönüştürülür. Sonuçta $\sigma_{pt}=2,64 \mu\text{g/kg}$ olarak elde edilir.

3.4.3. Performans Değerlendirmesi

Nicel sonuçlar için yaygın olarak kullanılan istatistiklerden z skoru aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

x_i = katılımcı sonucu

σ_{pt} = YT standart sapması

x_{pt} = atanmış değer

Eğer $u(x_{pt}) > 0,3 \sigma_{pt}$, ise yeterlilik testi standart sapmasına kıyasla atanmış değer belirsizliği ihmal edilemez. Hesaplanmasında atanmış değer belirsizliğini de içeren z' (z prime) skoru, z skorun yerine rapor edilir ve aşağıdaki şekilde hesaplanır:

$$z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{[\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})]}}$$

x_i =katılımcı sonucu

σ_{pt} = YT standart sapması

x_{pt} = atanmış değer



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

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

4. GİZLİLİK

YT programına katılan katılımcılara ait tüm bilgiler gizlilik ilkesi doğrultusunda gizli bilgi olarak değerlendirilir ve üçüncü taraflarla paylaşılmaz. GKGM tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar GKGM'ye gizli olarak bildirilir. YT çevrimi boyunca katılımcıların gizliliği katılımcılara verilen kodla sağlanır. Bu kod sadece UGRL ve katılımcı laboratuvar tarafından bilinmektedir ve '**YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**' nda katılımcı sonuçlarını bu kodla takip eder.



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

5. REFERANSLAR

- 1-** Resmi Gazete, 18 Şubat 2022, Sayı: 31754
- 2-** Resmi Gazete, 11 Aralık 2019, Sayı: 30975
- 3-** TS EN ISO/IEC 17043 “Uygunluk Değerlendirmesi – Yeterlilik Deneyi için Genel Şartlar”
- 4-** ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- 5-** Analytical Methods Committee (1989). Robust statistics – how not to reject outliers: Part 1 Basic concepts. Analyst, Vol.114, 1693-1697
- 6-** Lowthian, P.J., Thompson, M. (2002). Bump-hunting for the proficiency tester-searching for mutli-modality. Analyst, Vol.127, 1359-1364
- 7-** DG SANTE Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
- 8-** GKGM’nin 21/08/2015 tarih 28226 sayılı talimatı.
- 9-** Thompson, M. (2000). Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. Analyst, 125, 385-386.
- 10-** Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar arası Karşılaştırma Programları Prosedürü (P704), TÜRKAK.