



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

UGRL014- Balda Diastaz Analizi Yeterlilik Testi
UGRL YT Raporu-UGRL014
Aralık 2022-Şubat 2023

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: UGRL014 - Balda Diastaz Analizi Yeterlilik Testi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 05/12/2022

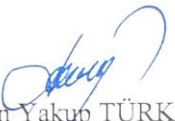
Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 29/12/2022

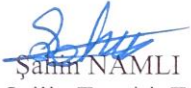
Rapor Yayın Tarihi: 15/02/2023


Raporu

Hazırlayan(lar):



Ercan KOCA
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü


Duran Yakup TÜRKMEN
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü


Şahin NAMLI
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü


Dr. Suna DOKUMACI
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve
Tağşiş Bölümü

Çevrim Koordinatörü:


Dr. Suna DOKUMACI
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü

YT Koordinatörü:


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu
Tel.: 0312 327 41 81 / 1149 (dahili)
e-posta: alp.cetinkaya@tarimorman.gov.tr

Raporu Onaylayan:


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

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	7
4. SONUÇLAR	8
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	9
5.1. ATANMIŞ DEĞER	9
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	9
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	9
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	10
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	14
7. GÖZLEMLER	16
8. REFERANSLAR	16

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme.....	7
Tablo 3. Kararlılık Testi Verileri ve Değerlendirme	8
Tablo 4. Diastaz Sayısı için Özet İstatistik Değerlendirmesi.....	10
Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları.....	11
Tablo 6. $ z \leq 2$ Aralığında Yer Alan Skor Sayısı ve Yüzdesi.....	11
Tablo 7. Katılımcı Yorumları.....	11
Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve z-Skorları	12
Tablo 9. Katılımcı Analiz Bilgileri.....	14

ŞEKİLLER

Şekil 1. Diastaz Sayısı için z-Skorları Histogramı.....	13
---	----

ÖZET

Balda Diastaz Sayısı Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrime katılan 41 katılımcıya 05/12/2022 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 g bal test materyali gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde Diastaz Sayısı için sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan UGRL014 kodlu çevrime özgü ‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile toplanmıştır. 41 katılımcının tamamı (%100) analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528:2022 Standardına² uygun şekilde, test materyalinde yer alan Diastaz Sayısı parametresi 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}) için Avrupa Birliği (AB)’de gerçekleştirilen laboratuvarlar arası çalışmalar sonucu belirlenen ve AB yeterlilik testlerinde kullanılan hedef Bağlı Standart Sapma (RSD) değerine denk gelen standart sapma değeri esas alınmıştır.
- Her bir katılımcıya ait Diastaz Sayısı için z-skoru; atanmış değer (X_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Diastaz Sayısı Analizi Yeterlilik Testi sonuçları özeti **Tablo 1**’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Parametre	Atanmış değer (X_{pt}) (Diastaz Sayısı)	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
Diastaz Sayısı	3,29	32	41	78

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” 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 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’ne gizli olarak bildirilmektedir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında Diastaz Sayısı önceden analiz edilmiş balların karışımı ile 4 kilogramlık yığın materyal elde edilmiştir.

Hazırlanan yeterlilik test materyali plastik kaplara yaklaşık ellişer gram olacak şekilde aktarılmıştır. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2022 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 adet numune iki tekrarlı olarak analize alınmıştır. Diastaz Sayısı okumaları spektrofotometre cihazında 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 açısından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından genişletilmiş kriter ile değerlendirilmiştir. İstsel değerlendirmede $S_s \leq \sqrt{c}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme **Tablo 2**'de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme

Sıra no	Diastaz Sayısı (DS)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	2,6	2,8
2	2,6	2,5
3	2,6	3,0
4	2,5	2,4
5	3,4	2,9
6	2,8	2,6
7	2,2	2,4
8	3,1	2,9
9	2,2	2,4
10	2,5	2,1
Ortalama	2,625	
\sqrt{c} (kritik değer)	0,314	
S_x (örnek ort. std. sapması)	0,300	
S_w (örnek-içi std. sapma)	0,199	
S_s (örnekler-arası std.sapma)	0,265	
$S_s \leq \sqrt{c}$	GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528:2022 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 alınmıştır. Kararlılık kontrolünde, yeterlilik test materyali gönderimi öncesi (t2), yeterlilik test materyali kargo iletim günü (t3) ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası (t4) olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Kararlılık testleri, son sonuç bildirim tarihi sonrası (t4) kadarki süre hariç 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 13528:2022 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. 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 çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (bal), 05/12/2022 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. Katılımcılara test materyallerini analize alana kadar ve analiz sonrasında +4 °C’de muhafaza etmeleri bildirilmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki UGRL014 kodlu çevrime özgü ‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’nu kullanarak, test materyalinde yer alan Diastaz Sayısı 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 adresi ile UGRL e-posta adresinin her ikisine de 29/12/2022 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 41 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

Tablo 3. Kararlılık Testi Verileri ve Değerlendirme

	Diastaz Sayısı (DS)			
	t1 (kontrol)	t2	t3	t4
Sıcaklık	Oda sıcaklığı	Oda sıcaklığı	Oda sıcaklığı	4 °C
Süre (gün)	-	4	8	28
Sonuç Sayısı	20	6	6	6
Ortalama	2,625	2,617	2,633	2,483
Std. Sapma	0,199	0,445	0,301	0,160
0,3σ_{pt}		0,176		
 y₁ - y_x 	-	0,008	0,008	0,142
 y₁ - y_x ≤ 0,3σ_{pt}	-	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 testi ve Lilliefors testi) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) 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 madde için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Diastaz Sayısı sonuçlarından Q/Hampel'a göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapmaları hesaplanmıştır.³

Atanmış değerin belirsizliği aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

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

s^* : Sağlam (robust) standart sapma

p : Geçerli sonuç sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) için AB'de gerçekleştirilen laboratuvarlar arası çalışmalar sonucu belirlenen % RSD üst değerine (%17,9) denk gelen standart sapma değeri esas alınmıştır. Hedef RSD değerlerine denk gelen standart sapma değerlerinin hesaplanmasında aşağıda belirtilen formül kullanılmıştır:

$$\sigma_{pt} = RSD_{hedef} * X_{pt}$$

X_{pt} : Atanmış değer

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı² ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

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 **Tablo 4**'te, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları **Tablo 5**'te, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi **Tablo 6**'da, katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar **Tablo 7**'de verilmektedir. Katılımcıların '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte **Tablo 8**'da özetlenmekte ve **Şekil 1**'de histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Diastaz Sayısı (DS) İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

Sonuç sayısı	41
Sonuç aralığı	2,10 DS - 19,80 DS
Sonuçların ortancası	3,20 DS
Sonuçların ortalaması	4,78 DS
Atanmış değer	3,29 DS
Sağlam standart sapma	0,67
$z \leq 2$ sonuç sayısı	32
$z > 2$ sonuç sayısı	9

Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

Parametre	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (X_{pt}) (DS)	Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt})
Diastaz Sayısı	41	3,29	0,13	0,588

Tablo 6. $|z| \leq 2$ Aralığında Yer Alan Skor Sayısı ve Yüzdesi

Parametre	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ skor yüzdesi (%)
Diastaz sayısı	32	41	78

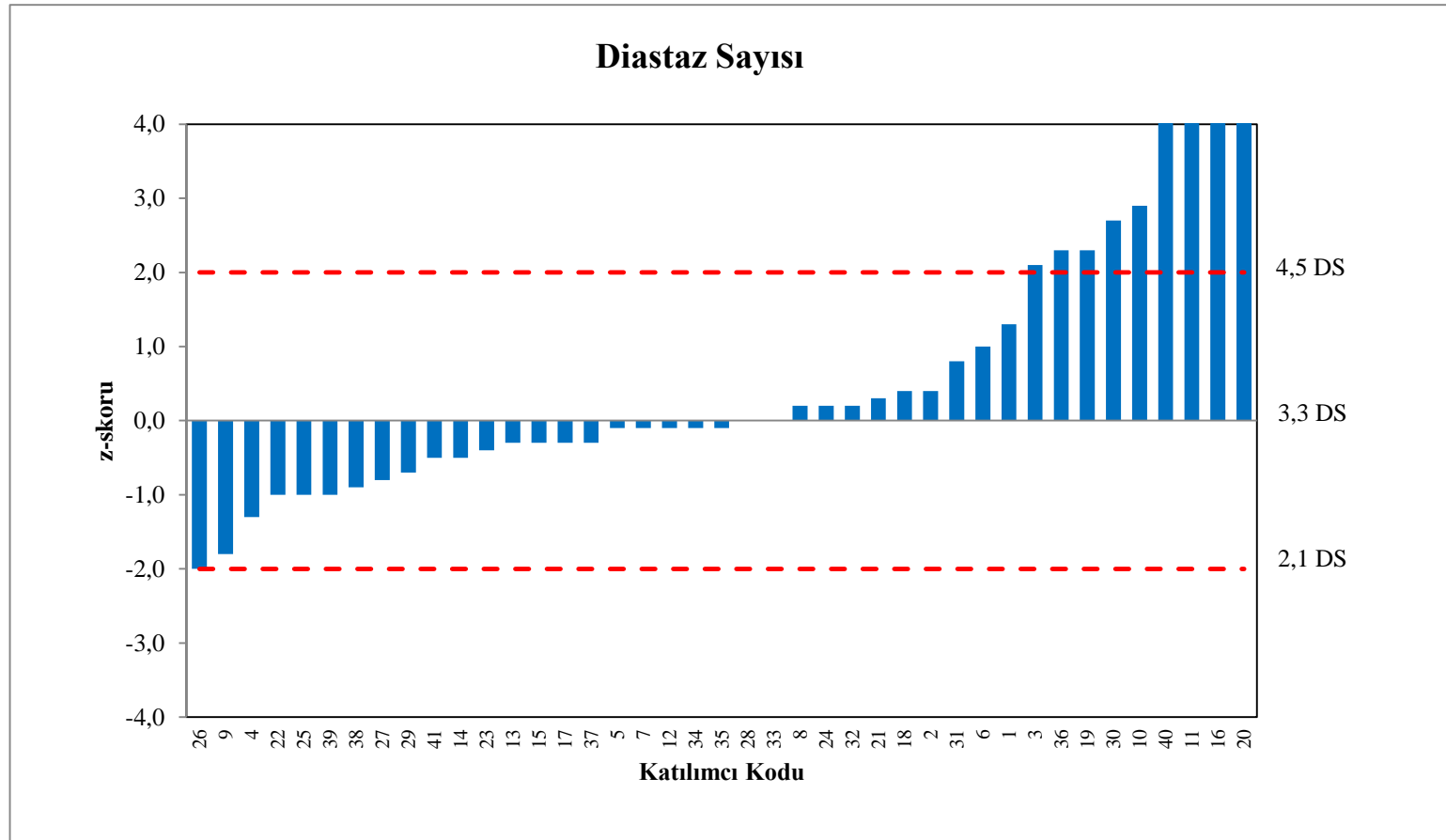
Tablo 7. Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
2	Disatas sayısı 8'den küçük olduğu için hesaplama formülü olarak 2. eşitlik kullanılmıştır.
6	Sonuçlar $DS=35,2(A-X)-0,46$ formülüne göre hesaplanmıştır. A: 620nm'deki absorbans değeri X: Kör tablet absorbansı T60U Spektrometre kullanılmıştır.
12	Katılımcı kod 12
13	Kullanılan cihaz: Spektrofotometre
18	Kullanılan Teknik: UV Spektrofotometre
31	Bulunan değer 8'den düşük olduğundan dolayı, (numune absorbansıX35,2)-0,46 formülü kullanılmıştır.
38	Standart Çalışma Prosedürümüzde 3662 devirde 5 dk santrifüj işleminden sonra solusyonun filtre kağıdından süzülmesi yerine numunenin üst kısmında kalan berrak kısmı enjektörle çekilerek numune okuma kabına aktarma işlemi yapılmıştır.
40	Kullanılan cihaz: Spektrofotometre
41	Analiz sonucu hesaplaması metod de belirtildiği üzere 6 dan düşük sonuçlar için verilen formül ($Ax35,2-0,46$) kullanılarak hesaplanmıştır.

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve z-Skorları ($|z| > 2$ Aralığında Yer Alan Skorlar Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

Lab Kodu	Diastaz Sayısı	
	Atanmış Değer (DS)	3,29
	Sonuç (DS)	z-skoru
1	4,04	1,3
2	3,55	0,4
3	4,5	2,1
4	2,55	-1,3
5	3,2	-0,1
6	3,9	1,0
7	3,2	-0,1
8	3,4	0,2
9	2,24	-1,8
10	4,99	2,9
11	18,2	25,4
12	3,2	-0,1
13	3,1	-0,3
14	3,02	-0,5
15	3,1	-0,3
16	19,6	27,7
17	3,1	-0,3
18	3,5	0,4
19	4,65	2,3
20	19,8	28,1
21	3,44	0,3
22	2,7	-1,0
23	3,03	-0,4
24	3,4	0,2
25	2,7	-1,0
26	2,1	-2,0
27	2,8	-0,8
28	3,3	0,0
29	2,9	-0,7
30	4,9	2,7
31	3,75	0,8
32	3,4	0,2
33	3,3	0,0
34	3,2	-0,1
35	3,2	-0,1
36	4,62	2,3
37	3,11	-0,3
38	2,7784	-0,9
39	2,7	-1,0
40	14,7	19,4
41	3	-0,5



Şekil 1. Diastaz Sayısı 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 9**’da sunulmaktadır.

Tablo 9. Katılımcı Analiz Bilgileri

DİASTAZ SAYISI ANALİZİ																																
Kullanılan teknik:	Laboratuvar Kodu																															
Phadebas	1	2	3	4	5	6	7	9	10	12	13	14	15	17	19	21	22	25	26	27	28	29	31	32	33	34	35	36	37	38	39	41
Schade	11	40																														
Diğer	8	16	18	20	24	30																										
Belirtilmedi	23	25																														
Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):	Laboratuvar Kodu																															
AOAC OFFICIAL METHOD 958.09	20																															
HMIHC 2009 (PHADEBAS)	3																															
HMHIC 2009 (phadebas)	23																															
IHC	41																															
IHC 6.2	17																															
IHC (HARMONİSED METHODS OF THE INTERNATIONAL HONEY COMMISSION) Bölüm 6.1:2009	40																															
IHC 2009 (Phadebas)	28																															
IHC 2009 6.2	19																															
IHC 6.2 2009	35																															
IHC 2009- s(39-41)	13																															
IHC 2009/pp(39-40)	15																															
IHC 2009, 6.2. Determination of diastase activity with Phadebas	37																															
IHC 2009, page 35-41	22																															
IHC 2009, sayfa: 39 (Determination of Diastase Activity with Phadebas)	39																															
HMHIC 2009, Phadebas	26																															
IHC Bölüm 6.1	11																															
IHC Bölüm 6.2	27																															
IHC Bölüm (6.2)	31																															
IHC Bölüm 6.2 2009 Phadebas Honey Diastase Test	38																															
IHC Phadebas Diastase Determination	2																															
IHC Phadebas Diastase Determination Method	34																															

IHC Phadebas Diastase Determination Method, 2009	10
IHC, Phadebas, 2009	21
IHC, S.38-40	32
IHC,2009	4 24
IHC 2009	5 33 36
Int. Honey Commission Harmonised Methods	12
International Honey Commission (2002)	7
Phadebas Honey Diastase Test Instructions For Use IHC 2009.	6
PHADEBAS METODU	29
TS 13364	8 30
TS 13364 Mart 2008 Bal-Diastaz Aktivitesi Tayini	16
TS 3036, In house	18
TS 3036; TS 13364	14
Belitilmedi	1 9 25

Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu												
--------------------------------------	-------------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Evet	1	4	5	7	10	13	17	19	27	28	31	32	34
	36	39	41										
Hayır	2	3	6	8	9	11	12	14	15	16	18	20	21
	22	23	24	25	26	29	30	33	35	37	38	40	

Alınan numune miktarı (g):	Laboratuvar Kodu												
-----------------------------------	-------------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

≥1-<2	1	2	3	4	5	7	9	10	12	13	15	17	21
	22	23	24	25	26	27	28	29	31	32	33	34	35
	36	37	38	39									
<1	6	19	41										
10	8	11	16	18	20	30	40						
≥5-<10	14												
1	24												

Phadebas tekniği kullanılıyorsa 40°C de bekleme süresi (dk)	Laboratuvar Kodu												
--	-------------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

15	1	10											
30	2	3	4	5	6	7	9	12	13	14	15	17	19
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	31	32	33	34
	35	36	37	39	41								
35	38												
31	40												

7. GÖZLEMLER

41 adet kamu ve özel laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen “UGRL014 Balda Diastaz Sayısı Analizi Yeterlilik Testi” çevrimi sonuçlarına göre; uygun performans ($|z| \leq 2$) oranı % 78’dir. 41 katılımcının tamamı sonuç bildirilmiştir.

Metot kaynakları (Referans metot) incelediğinde yaygın olarak IHC Phadebas tekniğinin (toplam katılımcı sayısının yaklaşık %80’i) ve bir adet işletme içi metotla birlikte temel olarak 5 farklı metodun kullanıldığı görülmektedir.

Schade ve AOAC metotları kullanan katılımcılar bu çevrimde kabul aralığı dışı kalmıştır. Buna ek olarak Diastaz Sayısı sonuçlarının 14,7 ile 19,8 arasında değiştiği ve atanmış değerden oldukça uzak kaldığı gözlemlenmiştir.

TSE metodu kullanan 3 katılımcıdan ise sadece 1 tanesi uygun aralıkta yer almıştır. Diğer yandan uygun aralıkta yer almayan katılımcı sonuçları arasında da yüksek farklılık (4,9 DS-19,6 DS) mevcuttur.

Çevrime katılım sağlayan 2 katılımcının Phadebas yönteminde 40°C’de bekletme süresini 15 dakika olarak uyguladığı gözlemlenmiştir. Bu katılımcılardan 1’i z-skoru dışında kalmıştır. 2013 yılında AB ve üye ülkeleri (EUMS), IHC 2009 Phadebas ile Diastaz aktivitesi tespiti yönteminde yer alan 15 dakikalık bekletme süresinin 30 dakikaya çıkarılması yönünde tavsiyede bulunmuştur. Kit üreticisi şirket Phadebas® ise bu konuda, mavi boyanın daha az reaktif bir boya ile değiştirilmesinin ardından her zaman 15 dakika yerine 30 dakika bekletme süresinin kullanılmasını tavsiye etmiştir. Müdürlüğümüz de bekletme süresinin 30 dakika olarak uygulanmasını tüm katılımcılara tavsiye etmektedir.

8. REFERANSLAR

1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar

2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons

3 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.