



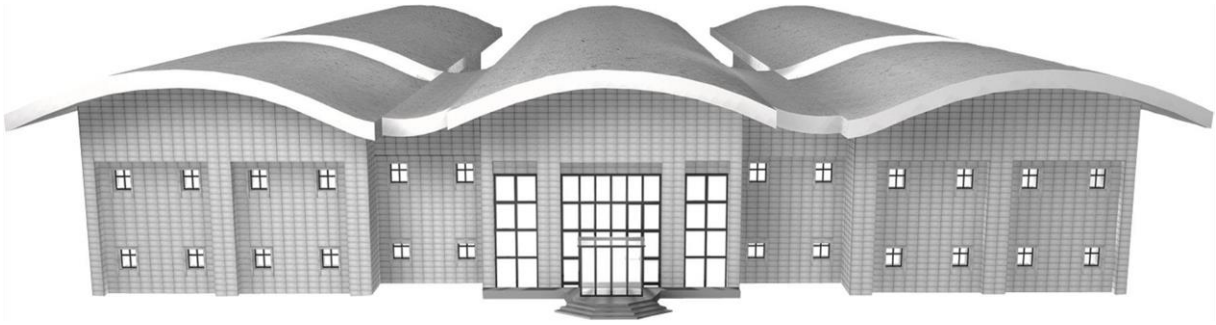
T.C.  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



AB-0015-YT

UGRL YT  
Raporu-  
UGRL019

12-24



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Şarapta Okratoksin A Saptanması**  
**UGRL YT Raporu-UGRL019**  
**Kasım-Aralık 2024**

**GENEL BİLGİLER****YT Çevrim Kodu ve Adı:** UGRL019 Şarapta Okratoksin A Saptanması**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 02/12/2024**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 13/12/2024**Rapor Yayın Tarihi:** 20/12/2024**Raporu Hazırlayan(lar):** Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Bölümü**Çevrim Koordinatörü:** Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin 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**

<b>ÖZET</b> .....	<b>4</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>5</b>
<b>2. GİZLİLİK</b> .....	<b>5</b>
<b>3. TEST MATERYALİ</b> .....	<b>6</b>
3.1. HAZIRLAMA .....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM.....	6
<b>4. SONUÇLAR</b> .....	<b>7</b>
<b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ</b> .....	<b>7</b>
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	7
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	8
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	8
5.4.1. Katılımcı z'-skorları .....	8
5.4.2. Sonuçların Uygunluğunun Değerlendirilmesi .....	11
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>12</b>
<b>7. GÖZLEMLER</b> .....	<b>14</b>
<b>8. REFERANSLAR</b> .....	<b>14</b>

**TABLolar**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti .....	4
Tablo 2. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu .....	6
Tablo 3. Özet istatistikler .....	9
Tablo 4. Katılımcı sonuçları ve z'-skorları.....	9
Tablo 5. Katılımcıların uygunluk değerlendirmeleri.....	11
Tablo 6. Analiz Bilgileri Özeti.....	12

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. OTA z-skoru histogramı .....	10
---------------------------------------	----

**ÖZET**

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından biri (1) kamu ve dokuzu (9) özel laboratuvar olmak üzere toplam on (10) laboratuvarın katılımı ile “Şarapta Okratoksin A Saptanması” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Katılımcılardan tespit ettikleri okratoksin A miktarlarının geri kazanım yüzdelerine göre düzeltilmiş sonuçları, geri kazanım yüzdeleri, ölçüm limitleri (LoQ) ve sonuca ait ölçüm belirsizliklerini bildirmeleri istenmiştir. Katılımcılardan ayrıca elde ettikleri sonuçlarını ölçüm belirsizliklerini de dikkate alarak verilen mevzuat limiti ile kıyaslayarak uygunluk değerlendirmesini yapmaları istenmiştir.

Katılımcıların bildirmiş oldukları sonuçlardan elde edilen atanmış değere ait belirsizlik yüksek olduğundan performans değerlendirme için z'-skoru kullanılmıştır (Tablo 1).

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış Değer ( $x_{pt}$ ) $\mu\text{g}/\text{kg}$	Toplam (z') skor sayısı	Uygun skor sayısı $ z'  \leq 2$	Başarı yüzdesi $\%  z'  \leq 2$
OTA	1,47	10	9	90

UGRL019 yeterlilik test çevriminin hiçbir aşamasında taşıeron kullanılmamıştır.

## 1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Yetkinliği İçin Genel Gereklilikler” 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’ne gizli olarak bildirilmektedir.

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

UGRL019 kodlu çevrimde yeterlilik test materyali (YTM) olarak TOK020 kodlu Şarapta Okratoksin A Saptanması YT çevriminden kalan, homojenliği gösterilmiş numuneler kullanıldı. Bu numuneler hazırlanırken, temin edilen kırmızı şarap numunelerinde doğal kontamine içerik tespiti yapıldıktan sonra hedef okratoksin A düzeyini sağlamak amacıyla analitik standart ile zenginleştirme yapıldı ve karıştırıcı kullanılarak homojen hale getirildi. Plastik sızdırmaz şişelere içinde her biri yaklaşık 50 ml olacak şekilde aktarılarak etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı ve gönderilecekleri güne kadar buzdolabında saklandı.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

UGRL019 kodlu çevrim için TOK020 kodlu çevriminden kalan hali hazırda homojen olan YTM'ler kullanılmıştır. Bir önceki YT çevriminin (TOK020) kararlılığı çevrim süresince yapıldığından, UGRL019 YT çevrimi için kullanılabilir olduğunu doğrulamak amacı ile YTM tekrar çalışılarak kararlılığın devam ettiği gösterilmiştir. Kararlılık sonuçlarına ait bilgiler Tablo 2'de verilmektedir.

**Tablo 2.** Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

PARAMETRE	OTA ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	
	t1 (kontrol)	t2
Sıcaklık ( $\sim$ °C)	-	4
Süre (gün)	-	243
n	20	4
Ortalama	1,32	1,41
Std.Sapma	0,026	0,054
$ y1 - yX $	-	0,091
Fark belirsizliği $2\sqrt{u^2(y1) + u^2(yX)}$	-	0,055
Genişletilmiş Kabul Ölçütü	-	0,123
$ y1 - yX  \leq 0,3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(y1)+u^2(yX)}$ ?	-	<b>GEÇER</b>

#### 3.3. DAĞITIM

Buzdolabında bulunan şarap YT materyalleri 02/12/2024 tarihinde koruyucu ambalajlarına konularak başvuran 10 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

UGRL019 şarap yeterlilik test materyalinde;

- OTA düzeylerini tespit etmeleri ve geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş sonuçları bildirmeleri,
- Parametrelere ait geri kazanım yüzdeleri ve LoQ değerlerini bildirmeleri,
- Bildirilen sonuçlara ait genişletilmiş ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g/kg}$ ) ( $k=2$ ) değerlerini bildirilmeleri,
- Elde ettikleri sonuçlarının ölçüm belirsizliğini de dikkate alarak verilen mevzuat limitine göre uygunluğunu değerlendirmeleri,

katılımcılardan istenmiştir. Bildirilen sonuçların “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**”na kaydedilerek ve e-posta ile çevrim koordinatörüne gönderilmesi istenmiştir.

Başvuruda bulunan on (10) katılımcının tamamı YTM sonucunu iletmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirilmiştir. Kaba hata tespiti, geri kazanımı bildirilmeyen sonuçların tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk değerlendirme yanında görsel inceleme Kernel Density Plot ile yapılmıştır. Verilerin beklenen normal dağılıma uygun olduğu görülmüştür.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma UGRL-Stat istatistik programı kullanılarak ISO 13528 standardındaki Q/Hampel yöntemiyle belirlenmiştir [1]. Sağlam ortalama atanmış değer ( $x_{pt}$ ) olarak alınmış ve sağlam standart sapma ile de atanmış değer standard belirsizliği  $u(x_{pt})$  hesaplanmıştır [1]. Atanmış değer standard belirsizliği için aşağıda belirtilen formül kullanılmıştır.

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

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma  
 $p$ : Katılımcılardan gelen geçerli sonuç sayısı

## 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplanmıştır. Konsantrasyonu 120 ppb'den düşük analitler için aşağıdaki eşitlik ile  $\sigma_{pt}$  hesaplanmıştır [1].

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

c: atanmış değer konsantrasyonu (birimsiz konsantrasyon 1 ppb =  $10^{-9}$ )

## 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

### 5.3.1. z'-skoru

Atanmış değer belirsizliği  $u(x_{pt})$  yeterlilik standart sapmasının ( $\sigma_{pt}$ ) %30'undan ( $0,3\sigma_{pt} \leq u(x_{pt}) < 0,7\sigma_{pt}$ ) büyük olduğu için katılımcıların performansı ISO 13528'e göre z'-skor kullanılarak hesaplanmıştır [1].

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

$x_i$ : katılımcı sonucu

$x_{pt}$ : atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : YT standart sapması

$u(x_{pt})$ : atanmış değer standart belirsizliği

z'-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [2]:

$|z'| \leq 2$  Uygun sonuç

$|z'| > 2$  Uygun olmayan sonuç

## 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

UGRL019 kodlu şarapta okratoksin A saptanması yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z'-skorları hesaplanmıştır.

### 5.4.1. Katılımcı z'-skorları

Okratoksin A parametresi için özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 3'te verilmektedir. Katılımcıların **'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ**



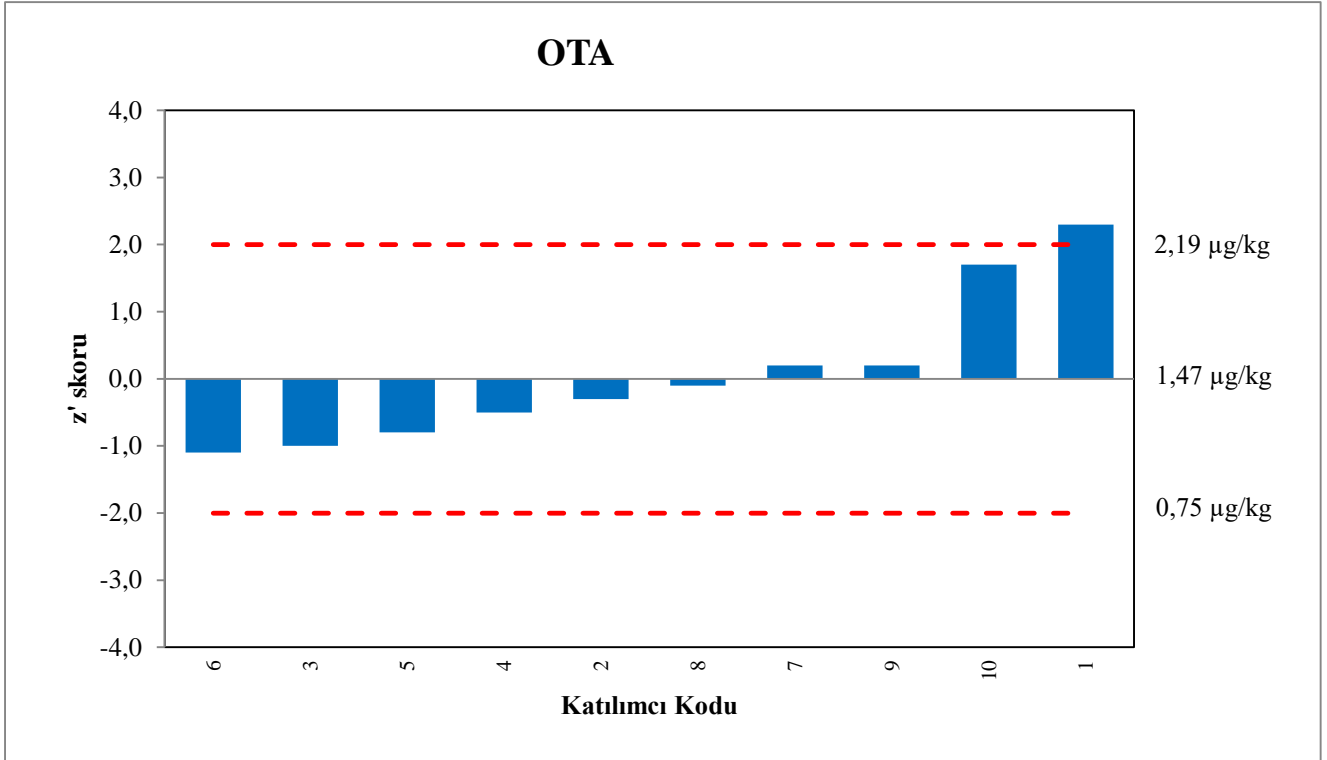
**BİLDİRİM FORMU'** ile beyan ettikleri sonuçlar, elde ettikleri z'-skorları ile birlikte Tablo 4'te ve katılımcı performansları Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 3. Özet istatistikler**

OTA	
Gönderilen Sonuç Sayısı	10
Geçerli Sonuç Sayısı ( $x_{pt}$ hesaplanan)	10
Sonuç aralığı ( $\mu\text{g/kg}$ )	1,09 - 2,29
Sonuçların ortalaması ( $\mu\text{g/kg}$ )	1,50
Sonuçların ortancası ( $\mu\text{g/kg}$ )	1,40
Atanmış değer ( $x_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	<b>1,47</b>
Belirsizlik ( $u(x_{pt})$ )	0,16
Sağlam standart sapma ( $s^*$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	0,39
YT std.sapma ( $\sigma_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	0,32
Sağlam RSD (%)	27

**Tablo 4. Katılımcı sonuçları ve z'-skorları**

KOD	OTA			
	Atanmış Değer	1,47 $\mu\text{g/kg}$		
	Sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Geri Kazanım (%)	LOQ ( $\mu\text{g/kg}$ )	z' skoru
1	2,29	87	0,50	<b>2,3</b>
2	1,36	96	0,1	-0,3
3	1,11	99	0,2	-1,0
4	1,29	90	1	-0,5
5	1,19	98	0,1	-0,8
6	1,09	96	0,3	-1,1
7	1,55	100	0,021	0,2
8	1,44	81	0,08	-0,1
9	1,56	100	1	0,2
10	2,08	101	0,3	1,7



Şekil 1. OTA z-skoru histogramı

#### 5.4.2. Sonuçların Uygunluğunun Değerlendirilmesi

Katılımcıların şarap numunesinin analizinden elde ettikleri sonuçlara ilişkin uygunluk değerlendirmeleri ve açıklamaları Tablo 5'te verilmektedir. Katılımcıların sonuç uygunluk değerlendirmesine ilişkin açıklamaları değişiklik yapılmadan tabloda sunulmaktadır. Mevzuata göre katılımcının sonucuna ve ölçüm belirsizliğine göre yapması gereken uygunluk değerlendirmesi de tabloda görülmektedir [3, 4].

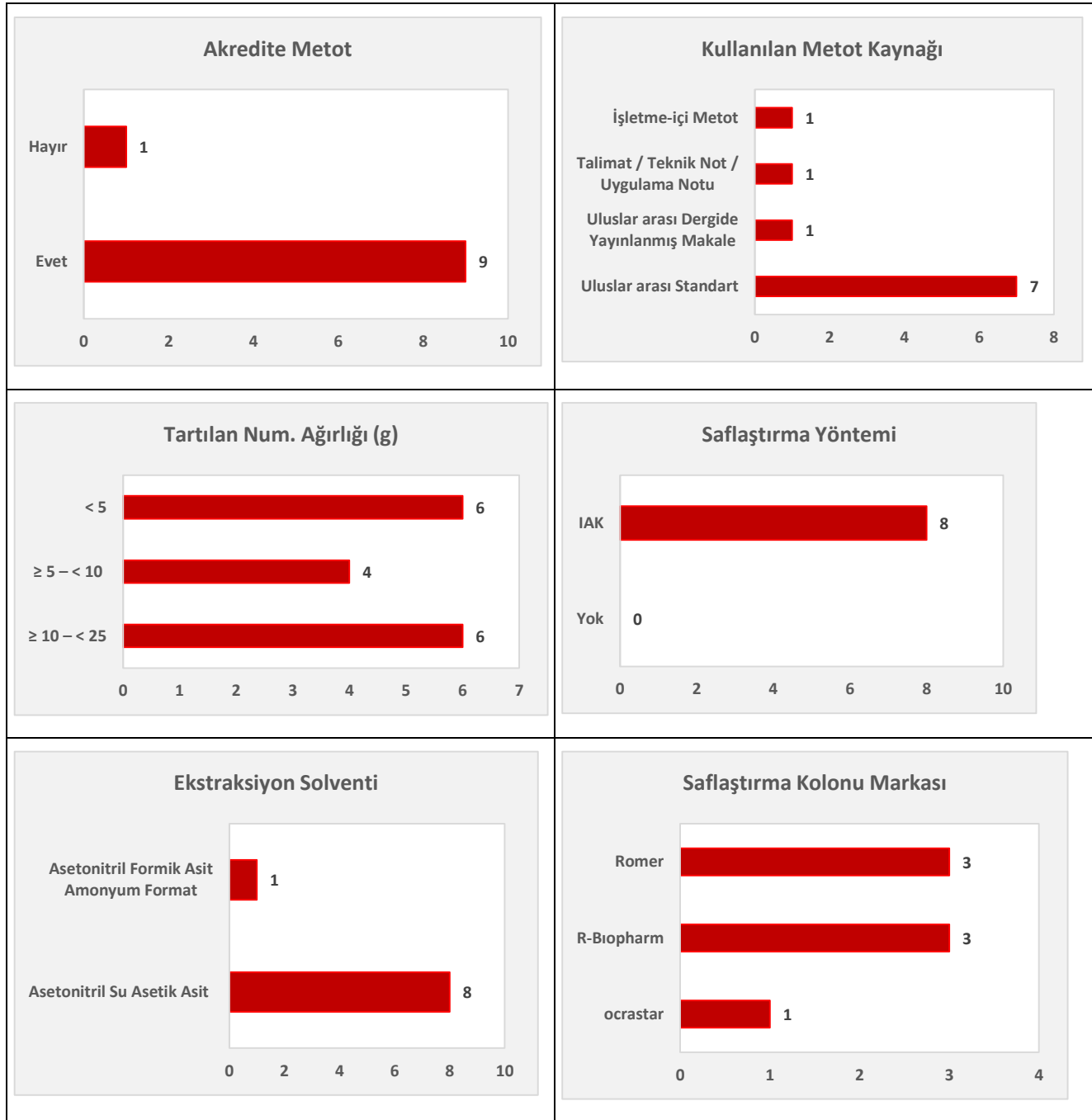
**Tablo 5.** Katılımcıların uygunluk değerlendirmeleri

Katılımcı Kodu	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (± µg/kg)	Katılımcı Değerlendirmesi	Açıklama	Olması Gereken Değerlendirme
1	2,29	0,39	UYGUN	Ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen analiz sonucu, maksimum limitlere göre uygundur.	UYGUN
2	1,36	0,15	UYGUN		UYGUN
3	1,11	0,19	UYGUN		UYGUN
4	1,29	0,39	UYGUN		UYGUN
5	1,19	0,17	UYGUN	İlgili mevzuat ve karar kuralı gereğince analiz sonucundan ölçüm belirsizliği değeri çıkarılarak bulunan değere göre değerlendirme yapılmıştır.	UYGUN
6	1,09	0,13	UYGUN		UYGUN
7	1,55	0,22	UYGUN		UYGUN
8	1,44	0,11	UYGUN		UYGUN
9	1,56	0,22	UYGUN		UYGUN
10	2,08	0,25	UYGUN		UYGUN

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgilerine yönelik katılımcıların beyanları özetlenerek Tablo 6’daki grafiklerde özetlenerek gösterilmektedir.

**Tablo 6.** Analiz Bilgileri Özeti



**Tablo 6.** Analiz Bilgileri Özeti

## 7. GÖZLEMLER

UGRL019 kodlu Şarapta Okratoksin A Saptanması yeterlilik test çevrimi bir (1) kamu ve dokuz (9) özel laboratuvar olmak üzere toplam on (10) laboratuvarın katılımı ile tamamlanmıştır. Katılımcıların OTA için z-skoru yönünden başarı yüzdesi %90' dır. Mevzuatta yer alan limite göre ölçüm belirsizlerini dikkate alarak uygunluk değerlendirmesi katılımcıların tamamı tarafından uygun şekilde yapılmıştır.

Analizi ile ilgili metot bilgileri incelendiğinde katılımcıların çoğunluğunun (%90) kullandığı metottan ISO/IEC 17025 standardından akredite olduğu, katılımcıların %80'inin HPLC, %20'sinin LC-MS/MS kullandığı görülmektedir.

## 8. REFERANSLAR

- (1) ISO 13528:2022 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”.
- (2) TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev. No:12 -21.11.2023.
- (3) Türk Gıda Kodeksi Gıdalardaki Mikotoksin Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama Ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No:2018/10) (Resmi Gazete Tarih: 15.Mart.2018 Sayı: 30361).
- (4) Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği (Resmi Gazete Tarih: 5.Kasım.2023 Sayı: 32360).