



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü

Yoğurtta Spesifik Mikroorganizma Sayımı
Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Testi Sonuç Raporu

TGKLM-LAK-2024/1

Ağustos 2024

İÇERİK

Sayfa No

- | | |
|---------------------------------------|---|
| 1. Giriş | 2 |
| 2. Tanımlar ve Kısaltmalar | 3 |
| 3. Tarafsızlık ve Gizlilik | 4 |
| 4. Test Materyali | 4 |
| 4.1. Homojenizasyon Çalışması | 4 |
| 4.2. Stabilizasyon Çalışması | 5 |
| 4.3. Test materyelinin dağıtımı | 6 |
| 5. Değerlendirme Kriterleri | 6 |
| 6. Sonuçlar ve Değerlendirme | 7 |
| 6.1. Laboratuvar Sonuçları | 7 |
| 6.2. Z Skorları | 7 |
| 6.3. Sonuçların Genel Değerlendirmesi | 7 |
| 7. Referanslar | 8 |

1. GİRİŞ

Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Testleri (LAK) “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında *iki ya da daha fazla sayıda laboratuvar tarafından, önceden belirlenmiş koşullara uygun olarak aynı veya benzer ögeler üzerinde yapılan ölçümlerin veya deneylerin düzenlenmesi, gerçekleştirilmesi ve değerlendirilmesi* olarak tanımlanmaktadır.

Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Testleri (LAK) ile belirlenen parametrelerde katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır.

TS EN ISO/IEC 17025 standardının 7.7. Sonuçların geçerliliğinin güvence altına alınması başlıklı maddesinin 7.7.2. bendinde “*Laboratuvar, mümkün ve uygun olduğu durumlarda sonuçlarını diğer laboratuvarların sonuçlarıyla karşılaştırarak kendi performansını izlemelidir. Bu izleme planlanmalı, gözden geçirilmeli ve aşağıdakilerden bir veya ikisini (bunlarla sınırlı kalmamak üzere) içermelidir:*

a) *yeterlilik deneylerine katılımı,*

b) *yeterlilik deneyi dışında laboratuvarlar arası karşılaştırmalara katılımı.”*

ifadesi yer almaktadır.

Gıda Kontrol Laboratuvarlarının analiz listesinde yer alan “Yoğurtta Spesifik Mikroorganizma Sayımı” analizi için yeterlilik testi bulunamaması nedeniyle “Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’nün” onayı ile laboratuvarlar arası karşılaştırma testi düzenlenmiştir.

2. TANIMLAR VE KISALTMALAR

2.1. GKLM: Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü

2.2. Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma: iki ya da daha fazla sayıda laboratuvar tarafından, önceden belirlenmiş koşullara uygun olarak aynı veya benzer ögeler üzerinde yapılan ölçümlerin veya deneylerin düzenlenmesi, gerçekleştirilmesi ve değerlendirilmesi

2.3. LAK: Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma

2.4. Kob: Koloni oluşturan birim

2.5. g/gr: Gram

2.6. °C: Derece santigrad

2.7. Z : Z skoru

2.8. x : Katılımcının sonucu

2.9. X : Atanmış değer

2.10. σ : YT değerlendirmesi için standart sapma

3. TARAFSIZLIK ve GİZLİLİK

Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü faaliyetlerinde gizlilik ve tarafsızlık ilkelerine bağlı olarak hareket etmektedir. Bu kapsamda kalite politikasında tarafsızlık ve gizliliğe ilişkin beyanı mevcuttur.

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

4. TEST MATERYALİ

Test materyali olarak “Yoğurt” numunesi seçilmiştir. Aseptik koşullarda üretilen yoğurt numunelerinin homojenizasyon ve stabilite testleri yapılmıştır. Test materyaline ait bilgiler aşağıda tablo halinde özetlenmiştir.

Tablo 1: Test materyaline ait bilgiler

Test Materyali	Yoğurt
Test Materyallerinin Hazırlanması ve Muhafazası	Yoğurt numuneleri aseptik koşullar altında üretilmiş ve paketlenmiş ve 1-4 °C’de muhafaza edilmiştir.
Homojenizasyon Testi	Aseptik koşullarda üretilen yoğurt numunelerinden rastgele alınan 10 örnek “TS ISO 7889” metodu ile aynı analist tarafından analize alınmıştır. 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilen analiz sonuçları test materyallerinin homojen olduğunu göstermiştir.
Stabilite Testi	Yoğurt numuneleri 1-4 °C’de muhafaza edilmiş ve 1, 3, 5, 7 ve 15.günde 2 tekrarlı olarak analize alınmıştır. Analiz sonuçları uygun koşullarda saklanan test materyallerinde spesifik mikroorganizma sayısının stabil olduğunu göstermiştir.
Dağıtım	Homojenizasyon ve stabilite testleri yapılan test materyalleri müdürlüğümüze ait hizmet aracı ile soğuk zincirde taşınarak katılımcı laboratuvarlara teslim edilmiştir.

4.1.Homojenizasyon Çalışması

Test materyalinin homojen olup olmadığının test edilmesi amacıyla hazırlanan yoğurt numunelerinden rastgele 10 adet seçilmiş ve iki tekrarlı olarak analize alınmıştır. Çalışma

sonucunda numunelerin homojen olduğu ispatlanmıştır. Çalışmalara ait veriler aşağıda tablo halinde özetlenmiştir.

Tablo 2: Homojenizasyon çalışmasına ait veriler

Örnek	Yoğurt	Parametre	Spesifik Mikroorganizma			Birim	Kob/g	
Örnek No	Sonuç 1 (A)	Sonuç 2 (B)	Log A	Log B	(D) Fark= A-B	^(s) Toplam=A+B	D ²	
1	1045000000	1300000000	9,019	9,114	-0,095	18,133	0,009	
2	935000000	980000000	8,971	8,991	-0,020	17,962	0,000	
3	970000000	1250000000	8,987	9,097	-0,110	18,084	0,012	
4	715000000	865000000	8,854	8,937	-0,083	17,791	0,007	
5	115000000	105000000	8,061	8,021	0,040	16,082	0,002	
6	105000000	150000000	8,021	8,176	-0,155	16,197	0,024	
7	105000000	120000000	8,021	8,079	-0,058	16,100	0,003	
8	1100000000	1045000000	9,041	9,019	0,022	18,061	0,000	
9	990000000	1150000000	8,996	9,061	-0,065	18,056	0,004	
10	960000000	1010000000	8,982	9,004	-0,022	17,987	0,000	
Ortalama, n	8,720					S_{DD} -->	0,063	
σ_p (hedef ss)	1,919					<i>Cochran's test (C)</i>	0,384	
s^2_{an}	0,003					<i>10 örnek test istat .%95</i>	0,602	
<i>Varyans S</i>	0,837					<i>10 örnek test istat .%99</i>	0,718	
MS_B	0,419					<i>Aykırı Değer</i>	YOKTUR	
s^2_{sam}	0,208	(örnekler arası varyans, negatifse '0' kabul edilir)						
σ^2_{all}	0,331	(kabul edilebilir örnekler arası varyans)					<i>F1 (10 örnek için)</i>	1,88
<i>kritik değer</i>	0,626	= F1* σ^2_{all} + F2* s^2_{an}					<i>F2 (10 örnek için)</i>	1,01
$s^2_{sam} < kritik değer ?$	GEÇER	Değerlendirme					HOMOJEN	

Kaynak: THOMPSON, M., ELLISON, S.L.R., WOOD, R. (2006). *The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report)*. Pure Appl. Chem., 78(1): 145-196.

4.2. Stabilizasyon Çalışması

Stabilizasyon testi, 1-4 °C'de muhafaza edilen yoğurt örneklerinin aynı analist tarafından 1, 3, 5, 7 ve 15. günlerde 2 tekrarlı olarak analizi ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar neticesinde test materyallerinin stabil olduğu değerlendirilmiştir. Stabilizasyon çalışmasına ait veriler aşağıda tablo halinde özetlenmiştir.

Tablo 3: Stabilizasyon çalışmasına ait veriler

Örnek	Yoğurt	Parametre	Spesifik Mikroorganizma			Birim	Kob/g
Örnek No	Sonuç 1 (A)	Sonuç 2 (B)	Log A	Log B	(D) Fark= A-B	(s) Toplam=A+B	D ²
1	1045000000	920000000	9,019	8,964	0,055	17,983	0,003
2	980000000	940000000	8,991	8,973	0,018	17,964	0,000
3	1050000000	1150000000	9,021	9,061	-0,040	18,082	0,002
4	930000000	865000000	8,968	8,937	0,031	17,905	0,001
5	845000000	1050000000	8,927	8,021	0,906	16,948	0,820
Ortalama, n	8,888					S_{DD} -->	0,826
σ_p (hedef ss)	1,955					<i>Cochran's test (C)</i>	0,993
s^2_{an}	0,083					<i>10 örnek test istat %95</i>	11,259
<i>Varyans S</i>	0,219					<i>10 örnek test istat %99</i>	5,317
MS_B	0,109					<i>Aykırı Değer</i>	YOKTUR
s^2_{sam}	0,013	(örnekler arası varyans, negatifse '0' kabul edilir)					
σ^2_{all}	0,344	(kabul edilebilir örnekler arası varyans)				<i>F1 (10 örnek için)</i>	5,317
<i>kritik değer</i>	2,760	= F1* σ^2_{all} + F2* s^2_{an}				<i>F2 (10 örnek için)</i>	11,259
$s^2_{sam} < kritik değer ?$	GEÇER	Değerlendirme				STABİL	

4.3. Test Materyallerinin Dağıtımı

Yoğurt numuneleri özel olarak kodlanmış ve 25.07.2026 tarihinde katılımcı laboratuvarlara dağıtımı gerçekleştirilmiştir.

5. DEĞERLENDİRME KRİTERLERİ

TGKLM-LAK-2024/1 kodlu Yoğurtta Spesifik Mikroorganizma Sayımı için Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma testi sonuçları atanmış değer üzerinden Z skoru ile değerlendirilmiştir.

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

x : Katılımcının sonucu

X : Atanmış değer

$\hat{\sigma}$: YT değerlendirmesi için standart sapma

Atanmış değer ve standart sapma, katılımcılar tarafından raporlanan sonuçlardan ayrı olarak hesaplanmıştır. Atanmış değer ve standart sapma aşağıda verilmiştir.

Atanmış Değer: 8,723

Standart Sapma: 1,919

Değerlendirme kriteri “TÜRKAK Tarafından Yayınlanan Aralık 2023 tarihli TS EN ISO/IEC 17025 Akreditasyon Denetimlerinde LAK ve YT ile İlgili Bilgilendirme Kılavuzu” esas alınarak belirlenmiştir. Buna göre;

$|z| \leq 2,0$ şartını sağlayan z skorları başarılı,

$|z| \leq 2,0$ limiti dışında kalan z skorları başarısız sonuçlar olarak değerlendirilmiştir.

6. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

6.1. Laboratuvar Sonuçları

Test numuneleri katılımcı laboratuvarlar tarafından 25.07.2024 – 09.08.2024 tarihleri arasında çalışılmış ve sonuçlar raporlandırılmıştır. Katılımcılara ait sonuçlar aşağıda tablo halinde listelenmiştir.

Tablo 4: Laboratuvar sonuçları

Sıra	Laboratuvar Kodu	Sonuç (Kob/gr)	Birimi	Analiz Yöntemi
1	LB-01	$1,7 \times 10^9$	Kob/g	TS ISO 7889
2	LB-02	$7,0 \times 10^8$	Kob/g	TS ISO 7889
3	LB-03	$7,7 \times 10^8$	Kob/g	TS ISO 7889
4	LB-04	$5,5 \times 10^8$	Kob/g	TS ISO 7889

6.2. Z Skorları

Katılımcılara ait sonuçlar aşağıda tablo halinde özetlenmiştir.

Tablo 5: Z Skorları ve Uygunluk Değerlendirmesi

Sıra	Katılımcı Laboratuvar Kodu	Hesaplanan Z Skoru	Uygunluk Değerlendirmesi
1	LB-01	0,26	Uygun
2	LB-02	0,06	Uygun
3	LB-03	0,09	Uygun
4	LB-04	0,01	Uygun

6.3. Sonuçların Genel Değerlendirmesi

Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü tarafından düzenlenen “Yoğurtta spesifik mikroorganizma sayımı” konulu laboratuvarlar arası karşılaştırma (LAK) testine Giresun GKLM, Ordu GKLM, Samsun GKLM ve Trabzon GKLM olmak üzere toplam 4 laboratuvar katılım sağlamıştır. Sonuçlar atanmış değerler üzerinden hesaplanan Z skoru ile değerlendirilmiştir. Katılım sağlayan laboratuvarların başarı oranı %100 olarak tespit edilmiştir.

7. REFERANSLAR

- 7.1.Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İin Genel Őartlar.
- 7.2.ISO/TS 22117:2010 Microbiology of food and animal feeding stuffs-Specific requirements and guidance for proficiency testing by interlaboratory comparison
- 7.3.TS EN ISO/IEC 17025 Akreditasyon Denetimlerinde LAK ve YT İle İlgili Bilgilendirme Kılavuzu, Trk Akreditasyon Kurumu, 2023.
- 7.4.Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R. (2006)., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem., 78(1): 145-196.