



GIDA LABORATUVARLARINDA KULLANILAN YÖNTEMLERİN LABORATUVAR AKREDİTASYONU

Fatma HEPSAĞ*

* Korkut Ata University, School of Applied Sciences, Food Technology Department, Kadirli, 80750 Osmaniye, Türkiye

ÖZET

Genel olarak akreditasyon; laboratuvarların, muayene ve belgelendirme kuruluşlarının ulusal ve uluslararası kabul görmüş teknik kriterlere göre akreditasyon uygunluk değerlendirme kuruluşlarınca değerlendirilmesi, dolayısıyla bu değerlendirmeler sonucunda düzenledikleri uygunluk teyit belgelerinin (deney ve muayene raporları, kalibrasyon sertifikaları, yönetim sistemi belgeleri, ürün belgeleri, personel belgeleri vb) güvenilirliğini ve geçerliliğini desteklemek ve düzenli aralıklarla denetlenmesi amacıyla oluşturulmuş bir kalite altyapısıdır. Bu kapsamda yapılan denetlemeler ISO 17025'e göre laboratuvar, ürün (hizmet), sistem ve personel olmak üzere dört ana başlık altında gerçekleştirilir. Akreditasyon kapsamında, yapılan tüm analizlerin sonuçlarının güvenilir olduğu ve doğruluğunun da yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Ülkemizde gıda üretimi ve dağıtımında resmi veya özel kontrol kurumlarının akreditasyona verdiği öneme bağlı olarak toplam gıda güvenliğinde belirgin bir yükselme kaydedilebilecektir. Bu çalışma içerisinde akreditasyon ve akreditasyona ait tanımlar özetlenecektir.

Anahtar Kelimeler: Akreditasyon, Gıda, Laboratuvar, ISO 17025

LABORATORY ACCREDITATION OF METHODS IN FOOD LABORATORIES

ABSTRACT

Accreditation in general; evaluation of laboratories, inspection and certification bodies by accreditation conformity assessment bodies according to national and internationally accepted technical criteria, and therefore, the reliability of such certificates as a result of these evaluations (test and inspection reports, calibration certificates, management system documents, product documents, personnel documents, is a quality infrastructure designed to support its validity and periodically. In this context, audits are carried out under four main headings: laboratory, product (service), system and personnel according to ISO 17025. Within the scope of accreditation, it is observed that the results of all analyzes are reliable and high. In food production and distribution in our country, a significant increase in total food reliability can be recorded depending on the importance given to accreditation by public or private control institutions. The definitions of accreditation and accreditation will be summarized in this study.

Keywords: Accreditation, Food, Laboratory, ISO 17025

1. Giriş

Dünyanın her yerinde laboratuvarların teknik yeterliliği, akreditasyon sistemlerinin yardımıyla tespit edilmektedir. Akreditasyon, test sonuçları ve raporlarının ulusal ve uluslararası kabul edilirliliğe sahip olmasına, hem ulusal hem de uluslararası yüksek saygınlığı ifade etmesine, müşteri portföyünün ve hizmet verilebilecek alanların artmasına, test yöntemlerinin standart hale gelmesine, laboratuvarda iş düzeninin sağlanmasına ve izlenebilirlik kavramının kurumsallaşmasına olanak sağlar [1]. Analiz

* e-posta: fatmahepsag@osmaniye.edu.tr

sonuçlarının kalite kontrolü için, hem rutin çalışmaların doğal bir parçası olarak ve analiz sonuçlarının kesinliğini ve güvenilirliğini sürekli takip etmek adına “iç kalite kontrol çalışmaları” yapılır, hem de laboratuvarın uygulamış olduğu bu kalite kontrol çalışmalarının etkinliğini ve analiz sonuçlarının doğruluğunu görmek adına “dış kalite kontrol (yeterlik testleri) çalışmaları” uygulanır. Kalite kontrol çalışmalarından elde edilen veriler, personel, metot ve laboratuvar etkinliğinin izleme ve uygun olmayan noktaların belirlenmesi veya öngörülmesi amacıyla kalite kontrol grafiklerine aktarılır, sonuçların gözden geçirilmesi için istatistiksel testler uygulanır. Bu veriler doğrultusunda farklı kontrol sistemleri için limitler belirlenir ve analizlerin kesinliği ve güvenilirliğini sağlamak için limitler aşıldığında laboratuvar tarafından düzeltici faaliyet başlatılır [2]. Akredite bir laboratuvarın vermiş olduğu deney raporu ve sertifikalar saygınlık ve müşterilere güvenilirliğin göstergesi olduğu için, bu çalışma içerisinde akreditasyon ve akreditasyona ait tanımlar özetlenecektir.

2. Akreditasyon İçin Gerekli Şartlar

2.1. Kalite Kontrol Metotlarının Seçimi

Her muayene ve analiz metodunun ve kullanılan cihazların performans kontrolü için uygulanacak iç kontrol yöntemi, analiz metotlarının nitelikleri, kullanılan cihazların teknik özellikleri, analiz edilen numunenin nitelikleri, uygun olan kontrol numunelerinin nitelikleri (özellikle homojenitenin ve stabilitenin temin edilebilmesi), metotların kullanım sıklığı, metotların süresi ve maliyetleri, yasal mevzuat zorunluluklar göz önüne alınarak, laboratuvar tarafından analizler için aşağıdaki parametrelerden bir veya birden fazla kalite kontrol parametresi seçilebilir. Tüm kalite kontrol çalışmaları, kabul kriterlerine göre değerlendirilir ve uygunsuzluk durumunda düzeltici önleyici faaliyet başlatılarak uygunsuzluğun ortadan kaldırılması sağlanır. İç ve dış kontrol yönteminin elemanları olarak, kontrol analizlerinin cinsi ve nispeti, kontrol numunelerinin cinsi ve hazırlanması, uygun olan kalite kontrol kartların cinsi ve kontrol analizlerinin sıklığı belirlenerek uygulanır [2,3].

2.2. Kalite Kontrol Numuneleri

Çalışmalarda kullanılacak olan kalite kontrol numunelerin taşınması gereken başlıca özellikler belirtilmiştir. Homojen olmalı, analiz için uygun matris ve konsantrasyonda olmalı, analiz için analitik çalışma aralığı için uygun olmalı, uzun süreli çalışmalar yapılabilecek miktarda ve stabilite de olmalı, numune stabil kalması için uygun koşullarda gerekli önlemler alınarak (nem almaması, azot ile kapatılması) depolanmalı, son kullanma tarihi uzun süreli çalışmalar için uygun olmalı, analiz için numuneden örnek alındığı zaman numunede herhangi bir değişiklik olmamalı, (örneğin uçucu bileşimlerin numuneden analizi sırasında buharlaşması) [3].

2.3. Kontrol Numunelerinin Hazırlanması

Metot kontrol numunesi olarak; referans numune, sertifikalı referans materyal, kontrol numunesi, yeterlilik numunesi (daha önceden çalışılmış, sonucu bilinen), standart ilave edilmiş matris veya doğal kontamine numune kullanılabilir. Genelde, materyalin toplam miktarının, en az 20 kontrol analiz için yeterli olması tercih edilmelidir [3].

1. Referans numune, sertifikalı referans materyaller metot kontrol numuneleri olarak kullanılmak üzere Eurochem, FAPAS, Bipea veya benzeri ulusal veya uluslararası alanda kabul gören firmalardan temin edilen analiz sonucu tam olarak belirlenmiş ve belirsizliği bulunan numune tedarik edilir. Analizi yapılan numunenin sertifikasında yer alan sınırlar dahilinde olup olmadığına bakılarak sonuç değerlendirilir. Numunelerin saklama koşullarına göre uygun ortamda etiketlenerek saklanır ve metot kontrol numunesi olarak kullanılır [3,4].

2. Sertifikalı referans materyal olarak tedarik edilemiyorsa stabil bir numune oluşturulup değeri belirlenebileceği gibi, her çalışmada içeriği bilinen yada analiti içermeyen bir numune içerisine anlık aranan analit belirlenen derişimde eklenerek de numune oluşturulabilir. Bu amaçla, rutin analizde kullanılan veya piyasadan tedarik edilen matrikslerin kontrol numunesi olarak kullanılması halinde belirlenen numuneden hazırlanan analiz miktarlarından, rastgele test porsiyonları alınarak ilgili standart çalışma yöntemine göre analiz edilir ve homojenizasyon testi yapılır. Analiz sonunda eğer aranan analiti içermiyorsa spike (sertifikalı referans madde) çalışmalarında kullanılmak üzere direk kullanılır. Bu durum analizin ihtiyacına göre belirlenir. Eđer aranan analiti içeriyorsa bu kontrol numuneleri %10'u (ancak en az 6 adet) ile rutin şekilde analiz yapılarak hem homojenite kontrol edilir; hem de içerdiği analit miktarı belirlenir. Analiz sonucunda her hangi bir farklılık olup olmadığı David, Grubbs, Fisher, Cochran, t testi v.b istatistiksel testler ile kontrol edilir. İstatistiksel test sonucu uygun sonuçlar değerlendirilerek hazırlanan kontrol numuneleri, numunelerin saklama koşullarına göre uygun ortamda üzerine hazırlama tarihi, hazırlayan kişinin adı, soyadı yazılarak saklanır ve metot kontrol numunesi olarak kullanılır. Doğal kontamine numunelerin içerdiği analit konsantrasyonunun kalite kontrol çalışmalarında direk kullanılabilceği gibi analiz yönteminin ihtiyacına göre üzerine spike yapılarakta kullanılabilir [4].

3. Aranılan analiti içeren veya bazı ampirik yöntemlerde (kül, protein vb) metotlar için analiz metodunda belirtildiği şekilde rutin analizler ve numune hazırlama işlemi yapılır. Numunenin homojen olması ve iyi stabilizeye sahip olması durumunda, numune uygun miktarda hazırlanarak bir kaç laboratuvarın katılacağı bir laboratuvarlar arası karşılaştırma testi planlanır. Bunun için en az 3 laboratuvar, her laboratuvarda en az 2 analiz çalışması planlanmalıdır. Sonuçlar uygun bir karşılaştırma testi ile istatistiki olarak (z testi ile) karşılaştırılır. İstatistiksel testler sonucunda homojen bir numune olması ve laboratuvar sonuçlarının dağılımının normal olması durumunda numune kalite kontrol numunesi olarak kullanılır.

4. Gerçeklik çalışması yapılamayan (ampirik yöntemler gibi) metotlar için analiz metodunda belirtildiği şekilde rutin analizler ve numune hazırlama işlemi yapılır. Bu analizler tekrarlanabilirlik veya tekrar üretilebilirlik çalışmasında kullanılabilir [5].

2.4. Kalitatif Kimyasal Analizlerde Kalite Kontrol Yöntemleri

Kimyasal analizlerde kalite kontrolü sağlamak amacı ile belirlenmiş olan başlıca kalite kontrol parametreleri aşağıda verilmektedir. Burada belirtilmeyen analiz metot gereksinimine özgü kontrol yöntemleri laboratuvarın kalite yönetim sisteminde belirtilmelidir. Gerekli görüldüğü durumlarda analiz metodu kalite kontrol parametresi, hedef değeri, kabul kriteri ve periyodu laboratuvar tarafından belirlenebilir [5].

2.4.1. Tekrarlanabilirlik Kontrolü

Tekrarlanabilirlik, söz konusu analiz parametresinin, sertifikalı referans materyal, yeterlilik numunesi (daha önceden çalışılmış, sonucu bilinen), kirletilmiş numune, rutin laboratuvar numunesinin, aynı analist, aynı metot ve cihazlar kullanılarak, aynı günde yapılan en az 2 paralel çalışmalarıdır. Yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları kayıt altına alınır. Gerçeklik (geri kazanım) çalışması yapılamayan analizler için (ampirik yöntemler), kalite kontrol parametrelerinin her biri için paralel çalışma tavsiye edilir [6].

2.4.2. Değerlendirme

Validasyonu/verifikasyonu tamamlanan kantitatif analizlerde ilgili validasyon talimatında belirtilen tekrarlanabilirlik limiti kadar fark olmalıdır. Yasal mevzuat veya çalışma gruplarının belirlemiş olduğu bir tekrarlanabilirlik limiti varsa belirtilen limite göre uygunluğa bakılır.

Validasyon/verifikasyon çalışması tamamlanmış metot içinde geçen tekrarlanabilirlik değerini karşılayıp karşılamadığı kontrol edilir. $r = 2.77 \times Sr$, $Sr =$ Validasyon/verifikasyon talimatında veya standart çalışma yöntemi içerisinde yer alan değer, uygun olmayan durumlarda aşağıda verilen çalışmalardan bir veya bir kaçını yapılır ve kontrol edilir, uygunsuzluğun devam etmesi durumunda düzeltici faaliyet başlatılır ve sebep analizi yapılır. Aynı personel, aynı koşullarda analizi tekrarlar; aynı personel, farklı kalite kontrol parametresiyle; farklı yetkin personel, aynı kalite kontrol parametresi; aynı numune farklı analiz yöntemi ile; farklı yetkin personel, farklı kalite kontrol parametresi çalışarak kontrol yapılabilir [4,5,6].

2.4.3. Tekrar üretilebilirlik Kontrolü

Söz konusu analiz parametresinin sertifikalı referans materyal, yeterlilik numunesi (daha önceden çalışılmış, sonucu bilinen), kirletilmiş numune, rutin laboratuvar numunesi ile laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik yapılan çalışmalardır. Yapılan tekrar üretilebilirlik kontrolü çalışmaları metot kontrol numunesi ile belirli periyotlarla yapılır ve yapılan çalışmalar kayıt altına alınır. Kalite kontrol grafiği için yapılan çalışmalar farklı gün, farklı personel veya cihazda yapılmış ise tekrar üretilebilirlik olarak kullanılabilir. Yapılan bu çalışmalar kalite kontrol grafiklerine işlenerek takibi yapılır [4,5,6].

2.4.4. Değerlendirme

Validasyonu/verifikasyon tamamlanan analizlerde ilgili validasyon talimatında belirtilen tekrar üretilebilirlik limiti kadar fark olmalıdır. Validasyon/verifikasyon çalışması tamamlanmamış metot içinde geçen tekrar üretilebilirlik değerini karşılayıp karşılamadığı kontrol edilir. $R=2.77 \times Sr$, $Sr=$ Validasyon/verifikasyon talimatında veya standart çalışma yöntemi içerisinde yer alan değer. Hiçbir karşılaştırma değeri olmayan çalışmalarda $R=2(1-\log C) \cdot X$. $2.83 C= (1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}; 0.001 = 1000 \text{ mg}/\text{kg})$, $X=$ ortalama konsantrasyon uygun olmayan durumlarda laboratuvar, aşağıda verilen çalışmalardan bir veya bir kaçını yapar ve kontrol eder, uygunsuzluğun devam etmesi durumunda düzeltici faaliyet başlatır ve sebep analizi yapar [4,5,6].

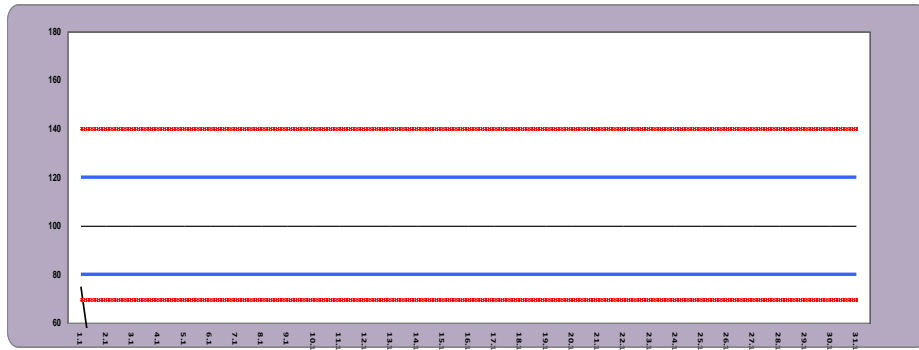
2.4.5. Gerçeklik (Doğruluk) Kontrolü

Söz konusu analizin kalite kontrolü sertifikalı referans malzeme, yeterlilik numunesi (daha önceden çalışılmış, sonucu olan), kirletme yöntemi ile (belli bir seviyede, temiz numune içine ekleme), doğal kontamine kontrol numunesi ile (daha önceden çalışılmış, sonucu olan) olarak hazırlanan metot kontrol numunesi ile belirli periyotlarla yapılır ve yapılan çalışmalar kayıt altına alınır. Gerçeklik çalışması tekrar üretilebilirlik çalışmasını içerecek şekilde yapılabilir. Gerçeklik çalışması her batch'de (bir defada alınan miktar) veya 10 numunede bir yapılması tavsiye edilir. Validasyon/verifikasyon raporu tamamlanmış analizler için validasyon/verifikasyon raporunda belirtilen geri kazanıma göre veya eğer referans metot içerisinde geri kazanım limitleri verildiyse veya yasal mevzuat kriteri var ise limit olarak kullanılır. Metotta, yasal mevzuatlarda, kalite kontrol kartlarında veya validasyon/verifikasyon çalışmasıyla tamamlanmamış analizler için herhangi bir geri kazanım limiti yoksa kimyasal ve fiziksel analizlerde validasyon/verifikasyon talimatında yer alan konsantrasyonuna göre limitler içinde olup olmadığı kontrol edilir. Gerçeklik çalışması sertifikalı referans malzeme veya yeterlilik testi numunesinde kullanılmış ise gerçek değer olarak hedef değer kullanılır ve analiz sonucunun sertifikada verilen değerler arasında olup olmadığı kontrol edilir. Uygun olmayan durumlarda laboratuvar, aşağıda verilen

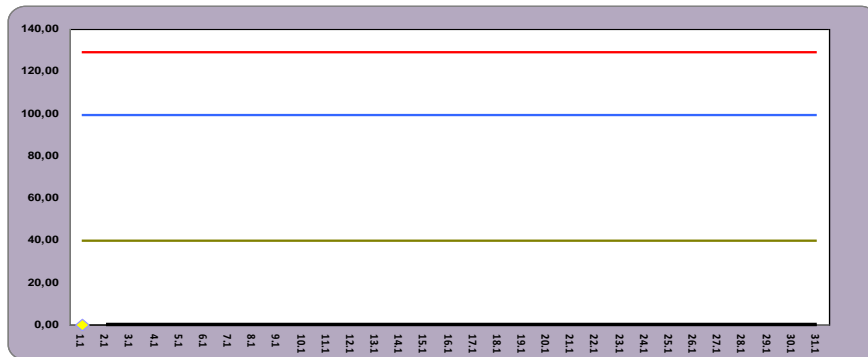
çalışmalardan bir veya bir kaçını yapar ve kontrol eder, uygunsuzluğun devam etmesi durumunda düzeltici faaliyet başlatır ve sebep analizi yapar [5,6].

2.5. Kalite Kontrol Kartlarının Kullanımı

Kalite kontrol grafiği (QC Chart) oluşturulması, ilgili metot talimatına göre yetkili personel, belirlenen periyot ve belirlenen paralel sayısı ile ölçüm yapılarak matrisin gerçek tespit edilen veya verilen kabul edilebilir değeri ve %95 güven aralığında ($k=2$ için) alt ve üst güven sınırları ($2s$ ve $3s$ değerleri) ile QC Chart oluşturulur. Belirlenen periyotlarda kalite kontrol numunesi analize alınarak sonucun alt ve üst güven sınırları içerisinde olup olmadığına bakılır. Yapılan kontrol sonuçlarının grafiksel dökümü için X Chart, R Chart gibi kalite kontrol şemalarından uygun olan kullanılır. Grafik üzerinde alt/üst kontrol limitleri ($-3s$, $+3s$), alt/üst uyarı limitleri ($-2s$, $+2s$) ve ölçümler işaretlenir. QC grafiğinin seçimi, R Chart grafiği, geri kazanım/hedef değer, tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirliğin olması durumunda ve paralel yapılan çalışmalarda kullanılır. R Chart ise grafiği geri kazanım/hedef değer ve tekrar üretilebilirliğin olması durumunda kullanılır (paralel çalışma olmayan). Eğer analizde geri kazanım veya hedef değer yapılamıyorsa bu durumda analiz paralel çalışma imkanı sağlıyorsa rutin analiz sonuçları paralel kabul edilir ve X Chart grafiği tutulur [5].



Şekil 2. X-bar Chart(Örnek)



Şekil 3. R- Chart (Örnek)

Kalite Kontrol Grafiği (QC Chart) değerlendirmesi: X ve R Chart grafikleri otomatik olarak renklere göre değerlendirme yapmaktadır. Sonuçlar beklenen, ortalama (hedef) değerler arasındaysa çalışmalar rutin şekilde yürütülür ve elde edilen verilerle metot performansı “Uygun” sınırlar içerisinde denir.

Grafiğin değerlendirmesi yapılırken, sonuçların herhangi bir sistem hatası ve araştırma gerekli durumlarında “kontrol dışı (uygun değil)” kabul edilir. Bu durumlarda Uygunsuzlukların Kontrolü Prosedürü ‘ne göre hareket edilir [5].

8 fark $< 1,13s$ parametresinde görülmesi durumu, validasyon çalışmaları sonucu elde edilen standart sapmalara rutin kontrollerde uyulduğunu göstermekle beraber, standart sapma değerinin daha da daraltılabileceğini gösterir. Yasal mevzuat, çalışma gurubu, metot veya müşteri talep ettiği belirsizlik değerinin karşılanmadığı durumda laboratuvar tarafından standart sapma değerinin daraltılıp daraltılamayacağı irdelenir ve uygun görülmesi durumunda değer değiştirilir. * Kontrol limiti dışına çıktığında, * Ortalama sonucun alt ya da üstünde yer alan yedi ardışık sonuç, * Artış gösteren yedi ardışık sonuç, * Azalış gösteren yedi ardışık sonuç, * Ardışık 3 sonucun uyarı limitinin dışında kontrol limitinin altında yer alması.

Çizelge1: Yasal mevzuat, çalışma gurubu, metot veya müşteri talep ettiği belirsizlik değerinin karşılanmadığı durumda laboratuvar tarafından standart sapma değerinin daraltılıp daraltılamayacağını irdelendiği control limit değerleri [5]

| | |
|-------------------------|---|
| Kontrol limiti dışında | X- Chart Grafiğinde metodun geri kazanımın ve hedef değerden sapmalarının takibi |
| 7 Artışık sonuç $>$ ort | |
| 7 ardışık sonuç $<$ ort | |
| 3 değer $2s$ dışında | |
| 7 yükselen değer | |
| 7 düşen değer | |
| Fark $> 3,69s$ | R-Chart Grafiğinin kullanımı ile metodun tekrar üretilebilirlik kriterlerinin takibi. |
| Fark $> 2,77s$ | |
| 8 fark $< 1,13s$ | |
| Fark $> 3,69s$ | R-Chart Grafiğinin kullanımı ile metodun tekrarlanabilirlik kriterlerinin takibi. |
| Fark $> 2,77s$ | |
| 8 fark $< 1,13s$ | |

Yukarıda belirtilen olumsuzlukların meydana gelmesi durumunda, QC sonuçlarının kabul edilebilir mi yoksa kabul edilemez mi olduğunun tartışması yürütülmelidir. QC için kullanılan numune, yeniden çalışılır. Eğer uygunsuzluk devam ederse batch’deki (bir defada alınan miktar) numuneler

raporlanamaz. Araştırma sonucunda gerekirse önceki QC'ler irdelenir ve hatanın kaynaklandığı yer tesbit edilir ve bu tespit edilen yerden sonraki analizlere devam edilir veya hata için uygunsuzluk başlatılır. Tüm uygunsuzlukların giderilmesi durumunda tekrar analiz başlatılır. Uygun olmayan sonuçlar için laboratuvar, Düzeltici faaliyet başlatır ve sebep araştırması yapar. Aynı kişi, QC tekrarı; farklı yetkin kişi, aynı numune ile; farklı numune ile; çalışılarak kontrol yapılabilir [5].

2.6. Yeterlilik Testleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma

Analizlerimizin kalitesini ulusal ve uluslar arası düzeyde karşılaştırmak için, yeterlilik testlerine tabi tutmak gerekir. Yeterlilik Testi (YT, PT); Laboratuvarlar arası karşılaştırmalar yoluyla katılımcı performansının önceden belirlenmiş kriterlere göre değerlendirilmesidir. Laboratuvar yeterlilik testi veya laboratuvarlar arası karşılaştırma testleri, yıllık olarak planlanır ve sonuçlarıyla ilgili kayıtlar tutulur [6].

Yasal mevzuat gereği, Akredite olan ve/veya sık yapılan analizler için, senede en az dört yılda bir kere güvenilir bir kuruluş (örn. FAPAS/FEPAS, EUPT, IRMM) tarafından düzenlemiş yeterlilik testine katılır. Yeterlilik testi bulunmadığı durumlarda, laboratuvarlar arası karşılaştırma yapılır. *Laboratuvar yılın başında veya bir önceki yılın sonunda yeterlilik testi katılım planı oluşturur. Laboratuvar katılım planı düzenli olarak gözden geçirilmeli ve ihtiyaca göre güncellenmelidir. Gerek görüldüğü durumlarda plansız yeterlilik testlerine katılabilir. *Laboratuvar yeterlilik testi ile ilgili tüm işlemlerin dokümantasyonunu yapar ve kayıtlarını tutar. *Yeterlilik testinin sonuçları, yayılandıktan hemen sonra alınan performans, laboratuvar tarafından değerlendirilir ve z-skor içinde olup olmadığı kontrol edilir. Eğer sonuçlar z-skor aralığında değil ise düzeltici faaliyet uygulanır. Kabul kriteri olarak kalitatif analizlerde, $-2 \leq z \leq +2$ ise laboratuvar sonuçları ile yeterlilik testindeki atanan değerler arasındaki fark, %95 güvenle istatistiksel olarak önemsizdir ve laboratuvarın sapması kontrol altındadır. Kantitatif analizlerde ise tespit edildi veya edilmedi şeklinde değerlendirilir [6].

Ulusal yeterlilik testleri: Koruma Kontrol Genel Müdürlüğü (KKGGM) veya benzeri resmi kurumlar tarafından düzenlemiş zorunlu olan veya olmayan ulusal yeterlik testlerine katılabilir. Yapılacak işlemler önceki uluslar arası yeterlik testleri için tarif edilmiş işlemlerin aynısıdır.

Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma (LAK); Yukarıda belirtilen programların mevcut olmadığı ve alternatif kalite kontrol yöntemlerinin uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda, bu tür programlara katılabilir. Bunun için en az 3 laboratuvar, her laboratuvarında en az 2 analiz çalışması planlanmalıdır. Sonuçlar uygun bir karşılaştırma testi ile istatistiki olarak (z testi ile) karşılaştırılır. Uygun olmayan durumlarda laboratuvar, düzeltici faaliyet başlatır ve sebep analizi yapar. Ayrıca aynı analit için seri halde girilen yeterlilik testleri sonuçları da aşağıdaki eşitlik kullanılarak değerlendirilebilir.

$$S_{z,rs} = \frac{\sum z}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

$S_{z,rs}$: Yeni hesaplanmış z skoru, z: Aynı analit, aynı matriks veya aynı metot için her bir yeterlilik testinde elde edilmiş z değerleri, n: z değerlerinin sayısı[5,6,7].

2.7. Kantitatif Kimyasal Analizlerde Kalite Kontrol Yöntemleri

Tespit edildi/edilmedi veya var/yok olarak, analiz edilen numunelerde, kalite parametresi olarak metoda veya yasal mevzuatlarda kalite parametresi verilmiş ise o parametreler geçerlidir. Eğer bir parametre verilmemiş ise rutin numune iki paralel çalışılır, iki paralel arasında uyum olması durumunda analiz sonucu raporlanır, iki paralel çalışma arasında fark varsa analiz tekrarlanır. Kantitatif analiz metodu kirletme yapmaya uygun ise 10 numunede bir kirletme çalışması yapılarak rutin analiz metodu uygulanır. Kirletme sonucunda aranan analit veya madde tespit edilmesi durumunda, rutin numune

çalışmaya devam edilir. Yapılan çalışmalar kayıt altına alınır. Yapılan çalışma uygun olmaması durumunda düzeltici faaliyet başlatılır, geçmişteki 10 numune irdelenir [6,7,8].

2.8. Fiziksel Analizlerde Kalite Kontrol Yöntemleri

Yabancı madde, bozuk dane, kırık dane vb. görsel olarak yapılabilen analizlerde, kalite parametresi olarak metod veya yasal mevzuatlardaki parametreler göz önünde bulundurulur. Eğer bir parametre verilmemiş ise rutin numune 20 numunede bir paralel çalışılır, iki paralel arasında uyum olması durumunda analiz sonucu raporlanır, iki paralel çalışma arasında fark varsa analiz tekrarlanır ve yapılan çalışma kayıt altına alınır [9,10].

3. Sonuçlar

Güvenilir gıdalara ulaşmak günümüzde önemi gittikçe artan konuların başında gelmektedir. Genel bir anlatımla gıda güvenliği, gıdalarda bulunma veya oluşma olasılığı olan tehlike ve risklerin elimine edilmesi veya azaltılması, başka bir deyişle tüketici sağlığının güvence altına alınmasıdır. Bu güvencenin sağlanması ise üretimden tüketime uzanan gıda zincirinde uygulanan gıda kontrol sistemleri ile etkin denetim ve güvenli laboratuvar hizmetlerine bağlıdır. Bu bağlamda tüketici ile birlikte, ithalat ve ihracat da göz önüne alındığında ülkemizde gıda analiz sonuçlarının güvenilirliğine ve kalitesine olan ihtiyaç açık bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Bir analitik metodun uygulanması, numune almadan başlayarak sonuç elde edilinceye kadar süren kapsamlı bir süreçtir. Bu süreçte, kullanılan test tekniğinden veya metodundan bağımsız olarak verilerin ve sonuçların kalitesine ve güvenilirliğine odaklanan bir yönetim sistemi kurulması ve izlenmesi önemlidir. Bunu sağlamanın yollarından biri de akreditasyondur. Akreditasyon sayesinde personel kalitesi sürekli geliştirilecek, kullanılan ekipmanların, metodların, çevre şartlarının sürekli izlenmesi sağlanacak ve sürekli iyileştirme çalışmaları ile güvenilir test sonuçları garanti edilebilecektir. Böylece daha etkin bir gıda kontrol sistemi ve güvenilir sonuç veren laboratuvar hizmetleri oluşturularak, gıda güvenliği alanındaki şüphelerin ve kamu oyunda oluşan bilgi kirliliğinin önüne geçilebilecektir.

Kaynaklar

- [1] Anonim, 2005a. Mikrobiyoloji laboratuvarları-nın akreditasyonu-“TS EN ISO/IEC 17025 Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar” standardının uygulanması rehberi. ICS 01.020; 01.120. Türk Standartları Enstitüsü Türkiye.
- [2] Anonim, 2011. Internal Quality Control ‘TR 569 Edition 4, 2011-11’.
- [3] Anonim, 2014. ISO 7870-1 Control charts ‘Second edition, 2014-02-01’.
- [4] Anonim, 2013. ISO 7870-2 Control charts ‘Shewhart control charts’ ‘First edition, 2013-04-01’.
- [5] Anonim, 2003. TSE 5822 ISO 5725-6 Ölçme Metodlarının ve Sonuçlarının Doğruluğu (Gerçeklik ve Kesinlik) ‘Nisan 2003’.
- [6] Anonim, 2009a. Nordic Committee on Food Analysis (NMKL) Procedure No.4. Validation of chemical analytical methods. N-0106, Norway.
- [7] SANCO, FVO Inspection Reports, France, Germany, United Kingdom, Ireland, <http://europa.eu.int/comm/food/inspections/>.
- [8] European Commission, 2003, Proposal for a Regulation of the European Parliament and of the Council on Official Feed and Food Controls, COM (2003), 52 Final, 2003/ 0030 (COD), Brussels.
- [9] TS EN ISO/IEC 17025, 2012. “Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar,” TSE, Ankara.
- [10] ISO/IEC 17025, 2005. “General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories,” ISO, Switzerland.