



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

Çevrim Tarihi: 28.02.2020

Yayın Tarihi: 29.04.2020

Bu sonuç raporunda katılımcı gizliliği esas alınmıştır. Laboratuvar isimleri raporda hiçbir şekilde kullanılmamış olup, katılımcı laboratuvarlara verilen kodlar kullanılmıştır.



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
1.GİRİŞ.....	3
2.TEST MATERYALİ.....	4
2.1.Materyaller ve Analizler.....	4
2.2.Homojenizasyon Testleri.....	4
2.3.Dağıtım.....	4
3.SONUÇLARIN TOPLANMASI.....	4
4.SONUÇLARIN KODLANMASI.....	4
5.İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRME.....	5
5.1.Atanmış Değer Hesaplanması.....	5
5.2.Standart Sapma Hesaplanması.....	5
5.3.z Skoru Belirlenmesi.....	5-6
5.3.Sonuçların Değerlendirilmesi.....	6
6.SONUÇLAR.....	7-13



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

1. GİRİŞ

Tarım ve Orman Bakanlığı'nın İlgili Kuruluşu Toprak Mahsulleri Ofisi Genel Müdürlüğü'ne bağlı olarak görev yapan TMO Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğümüz TS EN ISO/IEC 17025 standardına göre Türk Akreditasyon Kurumu (TÜRKAK) tarafından;

- 2009 yılında alveograf, hektolitire, rutubet, kül, ham protein, zeleny sedimantasyon, yağ gluten, düşme sayısı analizlerinde,
- 2011 yılında hububatın, çeltiğin ve pirincin fiziksel analizlerinde,
- 2013 yılında farinograf, ekstensograf, aflatoksin, yağ tayini ve zedelenmiş nişasta analizlerinde,
- 2016 yılında kuru gluten, gluten indeks, beklemeli sedimantasyon endeksi ve yağlı tohumlarda yabancı madde analizlerinde,
- 2019 yılında NIR-protein, NIR-rutubet analizlerinde,

olmak üzere toplam 21 deney metodunda akredite edilmiştir.

Aynı zamanda Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğümüz; 5300 sayılı Tarım Ürünleri Lisanslı Depoculuk Kanunu ve Yetkili Sınıflandırıcıların Lisans Alma, Faaliyet ve Denetimi Hakkında Yönetmelik kapsamında Ticaret Bakanlığı tarafından 2011 yılından bu yana Hububat, Bakliyat ve Yağlı Tohumlar ürün gruplarında Referans Yetkili Sınıflandırıcı olarak görevlendirilmiştir. Ticaret Bakanlığına hububat, bakliyat ve yağlı tohumlar ürün gruplarında yetkili sınıflandırıcı lisansı almak veya mevcut lisansını yenilemek için başvuran laboratuvarların denetimi Referans Yetkili Sınıflandırıcı olarak Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğümüz tarafından yapılmaktadır.

Beklemeli sedimentasyon (modifiye) ve ekstensograf analizlerinde dünyada düzenlenmekte olan yeterlilik testi organizasyonu bulunmamaktadır. Bu amaçla ülkemizde un analizleri yapan laboratuvarlar arasında analiz sonuçlarının karşılaştırabilmesi açısından ekmeklik buğday ununun kalitesinin belirlenmesinde esas olan analizlerde yeterlilik testi organizasyonu düzenlenmiştir.



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

2. TEST MATERYALİ

2.1 Materyaller ve Analizler

Düzenlenen yeterlilik testi kapsamında istenen analizler aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Materyal	Talep Edilen Analizler
Ekmeklik Buğday Unu	Kimyasal analizler: Protein, zeleny sedimentasyon, beklemeli (modifiye) sedimentasyon, yaş gluten, kuru gluten, gluten indeks, düşme sayısı Reolojik analizler: Ekstensograf

Numunenin rutubeti ve farinograf su kaldırması Laboratuvarımız tarafından tespit edilerek çalışma el kitaplarında katılımcılara bildirilmiştir.

Hazırlanan numuneler polietilen ambalaj kaplara konularak hava almayacak şekilde kapatılmış böylelikle rutubet kaybının önüne geçilmiştir. Ambalajlanarak etiketlenen numuneler katılımcı laboratuvarlara gönderilmiştir.

2.2 Homojenizasyon ve Stabilité Testleri

Hazırlanan yeterlilik testi numunelerinde öncelikli olarak homojenizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Homojenizasyon kontrolü amacıyla yapılan analizlere ait sonuçlarda TS ISO 13528’de belirtilen istatistiksel teknikler uygulanarak homojenite kontrol edilmiş ve hazırlanan numunelerin homojen olduğu görülmüştür. Çevrim kapatıldıktan sonra stabilité testleri gerçekleştirilmiş, TS ISO 13528’de belirtilen istatistiksel teknikler uygulanarak stabilité kontrol edilmiş ve hazırlanan numunelerin stabil olduğu görülmüştür.

2.3 Dağıtım

Hazırlanan yeterlilik testi numuneleri 28.02.2020 tarihinde laboratuvarımızca kargo ile katılımcı laboratuvara (kendi laboratuvarımız da çevrime dahil edilmiştir) gönderilmiştir. Sonuçların 15 gün içerisinde gönderilmesi talep edilmiştir.

Katılımcı laboratuvarlara numunelere ait test sonuçlarının kaydedilmesi için ‘analiz fişleri’ gönderilmiştir.

3. SONUÇLARIN TOPLANMASI

Sonuçlar katılımcı laboratuvarlar tarafından TMO Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü’ne gönderilmiştir. Her bir katılımcı laboratuvara laboratuvar kodu verilerek sonuçlar değerlendirilmiştir.

4. SONUÇLARIN KODLANMASI

Her bir katılımcı laboratuvara 01-175 arasında numara verilerek kodlama yapılmıştır.



5. İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRME

TS ISO 13528 (Ekim 2015) standardında belirtilen istatistiki teknikler kullanılmıştır.

Atanmış Değer Hesaplanması

Atanmış değer belirlenmesinde TS ISO 13528 (Ekim 2015) standardında belirtilen yöntem ve istatistiki teknikler kullanılmıştır.

Standart Sapma Hesaplanması

Daha önceki yeterlilik testi organizasyonlarından elde edilen tecrübeye, standart metotların kollaboratif çalışmalarının istatistiki sonuçlarına ve katılımcı laboratuvarlardan gelen analiz sonuçlarından robust tekniğine göre Laboratuvarımız teknik uzmanlarınca belirlenen, standart sapma kullanılmıştır.

5.1 Performans İstatistiklerinin Hesaplanması

Performans skorları z skoru ve z' skoru (z prime) olarak ifade edilmiştir.

z-Skoru Hesaplanması

Yeterlilik test sonuçları kullanılarak z skoru aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır.

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

z: z skoru

x: Katılımcı sonucu

X: Atanmış değer

σ : Yeterlilik testinin standart sapması

z'-skoru Hesaplanması

$$z' = \frac{x - X}{\sqrt{\sigma^2 + u_x^2}}$$

z': z prime skoru

x: Katılımcı sonucu

X: Atanmış değer

σ : Yeterlilik testinin standart sapması



u_x : Yeterlilik testi belirsizliği

5.2 Sonuçların Değerlendirilmesi

Yeterlilik testi sonuçlarının değerlendirilmesinde

$-2 \leq z \leq 2$ **kabul edilir** sonuçlar olarak değerlendirilmiştir.

z skoru $-2 \leq z \leq 2$ 'nin dışında kalan değerler, **kabul edilemez** olarak değerlendirilerek tablolarda kırmızı renkte gösterilmiştir.

$-2 \leq z' \leq 2$ **kabul edilir** sonuçlar olarak değerlendirilmiştir.

z skoru $-2 \leq z' \leq 2$ 'nin dışında kalan değerler, **kabul edilemez** olarak değerlendirilerek tablolarda kırmızı renkte gösterilmiştir.

6. SONUÇLAR

Her bir katılımcı laboratuvar için z skorları hesaplandıktan sonra oluşturulan tablolar ve histogramlar aşağıda verilmiştir.

Düşme sayısı deneyinde 18 katılımcı laboratuvardan 11 tanesi z skoru olarak artı yönde 2'nin üzerinde sonuç almıştır. Bu durum sonuçların uluslararası standart metotlarında belirtildiği gibi sonuçların deniz seviyesine göre düzeltilmeden gönderildiği sonucunu düşündürmüştür.



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

EKMEKLİK BUĞDAY UNU (KİMYASAL-REOLOJİK ANALİZLER İÇİN)

Kimyasal analizler: Protein, zeleny sedimentasyon, beklemeli (modifiye) sedimentasyon, yaş gluten, kuru gluten, gluten indeks, düşme sayısı

Reolojik analizler: Ekstensograf



T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

Tablo 1.1: Kimyasal ve Reolojik Analiz Özet Tablo

PARAMETRE	BİRİMİ	ATANMIŞ DEĞER	ATANMIŞ DEĞER BELİRSİZLİĞİ	PERFORMANS HESAPLAMASINDA KULLANILAN STANDART SAPMA	ATANMIŞ DEĞER % CV	KATILIMCI SAYISI	TÜM KATILIMCI SONUÇLARIN ROBUST STANDART SAPMASI	TÜM KATILIMCI SONUÇLARIN % CV	KATILIMCI METOT STANDARTLARI
PROTEİN	% KM	14,08	0,07	0,2	1,42	14	0,42	2,98	AOAC 2001.11 TS ISO 1871 TS EN ISO 20483 TS 1620 TS EN ISO 16634-1 AOAC 920.87
ZELENY SEDİMENTASYON	mL	43	0,56	2,1	4,88	22	2,10	4,88	TS EN ISO 5529 AACC 56.60 ICC 116 AACC 56.61A TS 6520
BEKLEMELİ SEDİMENTASYON	mL	59	1,12	4,2	7,12	22	4,20	7,12	TS EN ISO 5529 DAN MODİFİYE ICC 116/1 DEN MODİFİYE
KÜL	% KM	0,69	0,01	0,05	7,25	18	0,1	7,25	TS EN ISO 2171 AACC 0801
YAŞ GLUTEN	%	32,7	0,27	1,00	3,06	21	1,20	3,67	AACC 38.12 AACCI 38-12A TS EN ISO 21415-2 ICC 155
KURU GLUTEN	%	10,8	0,32	0,8	7,41	10	1,03	9,54	AACC 38.12 TS EN ISO 21415-4
GLUTEN İNDEKS	%	88	1,36	5	5,68	21	5,70	6,48	AACC 38.12 AACCI 38-12A TS EN ISO 21415-2 ICC 155-158 TS 2974
DÜŞME SAYISI	s	375	12,67	43	11,47	18	83,00	22,13	TS EN ISO 3093 AACCI 56-81B ICC 107/1
EKTENSOGRAF 45' ENERJİ		89	1,58	5,5	6,18	19	5,50	6,18	TS EN ISO 5530-2
EKTENSOGRAF 90' ENERJİ		93,3	2,12	7,4	7,93	19	7,40	7,93	TS EN ISO 5530-2
EKTENSOGRAF 135' ENERJİ		91,1	2,47	8,6	9,44	19	8,60	9,44	TS EN ISO 5530-2

Protein, kül ve kuru glüten analizleri değerlendirmesinde z prime kullanılmıştır.

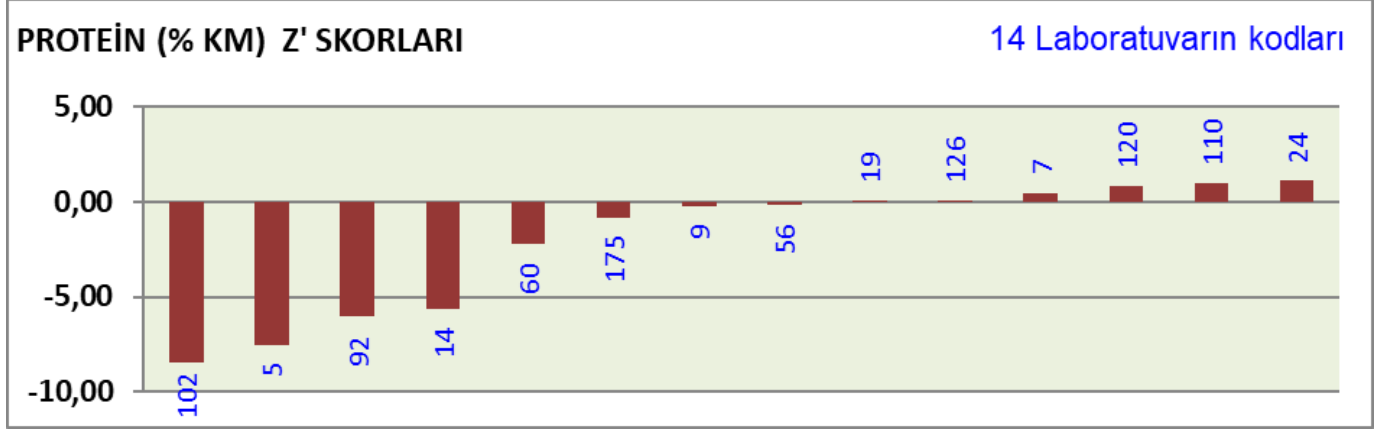


T.C.
TOPRAK MAHSULLERİ OFİSİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ
Ürün Teknolojisi ve Laboratuvar Şube Müdürlüğü
Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal ve Reolojik Analizlerde Yeterlilik Testi
Sonuç Raporu

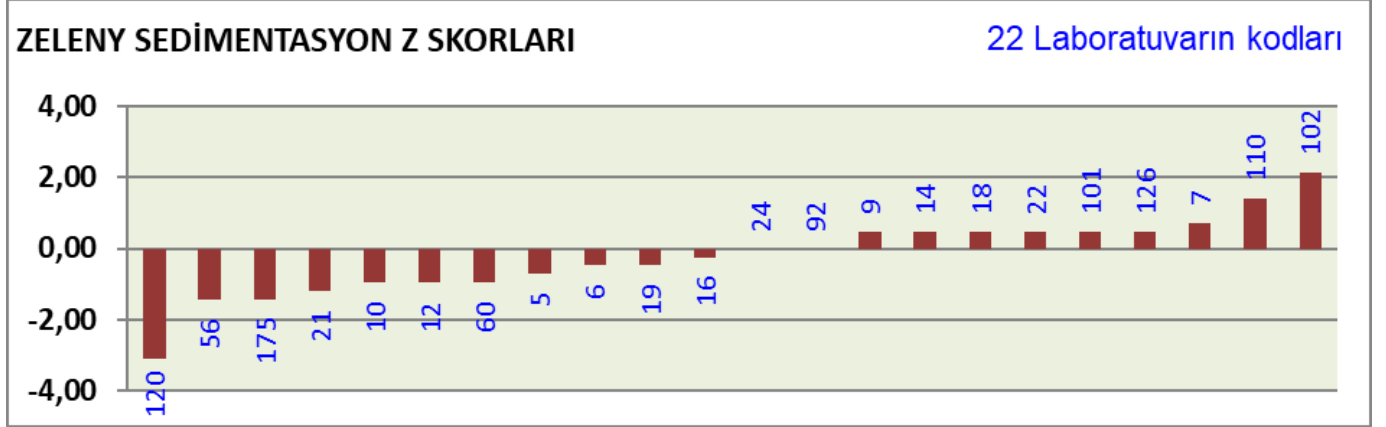
Tablo 1.2: Ekmeklik Buğday Unu Kimyasal-Reolojik Analiz z Skorları Tablosu

	PROTEİN		ZELENY SEDİMENTASYON		BEKLEMELİ SEDİMENTASYON		KÜL		YAŞ GLUTEN		KURU GLUTEN		GLUTEN İNDEKS		DÜŞME SAYISI		EKSTENSOGRAF 45'		EKSTENSOGRAF 90'		EKSTENSOGRAF 135'	
Birim	% (K.M.)		ml		ml		%		%		%		%		s		BU		BU		BU	
Atanmış Değer	14,08		43		59		0,69		32,7		10,6		88		375		89		93,3		91,1	
Atanmış Değer Standart Sapma	0,20		2,1		4,2		0,05		1,0		0,8		5		43		5,5		7,4		8,6	
Laboratuvar Kodu	x	z'	x	z	x	z	x	z'	x	z	x	z'	x	z	x	z	x	z	x	z	x	z
5	12,49	-7,54	42	-0,71	60	0,24	0,7	-0,56	32,3	-0,40			89	0,10								
6			42	-0,48	62	0,71	0,6	-1,11	34,0	1,30	1,07	-11,31	85	-0,60			90	0,18	88	-0,72	80	-1,29
7	14,18	0,47	45	0,71	52	-1,67	0,7	0,19	32,7	-0,05	20,85	11,68	91	0,50	548	4,02	104	2,73	107	1,85	103	1,38
9	14,03	-0,24	44	0,48	52	-1,67	0,7	0,14	34,2	1,50			92	0,70	392	0,40	88	-0,18	89	-0,58	92	0,10
10			41	-0,95	56	-0,83			32,7	-0,05			84	-0,90	538	3,79	85	-0,73	88	-0,72	90	-0,13
12			41	-0,95	56	-0,71	0,7	0,24	35,0	2,30	34,00	26,97	90	0,40	466	2,12	81	-1,45	91	-0,31	88	-0,36
14	12,90	-5,60	44	0,48	60	0,24	0,7	0,24	33,5	0,80	11,20	0,46	88	0,00	501	2,93	89	0,00	96	0,36	94	0,34
16			43	-0,24	61	0,54	0,7	-0,26	33,7	0,95			78	-2,00	630	5,93						
18			44	0,48	56	-0,71	0,7	0,21	31,9	-0,80	10,30	-0,58	82	-1,20	489	2,65	91	0,36	94	0,09	81	-1,17
19	14,10	0,09	42	-0,48	65	1,31	0,7	-0,26	31,4	-1,30			88	0,00	501	2,93	87	-0,36	89	-0,58	87	-0,48
21			41	-1,19	65	1,43			32,5	-0,25			91	0,50	540	3,84	94	0,91	96	0,36	95	0,45
22			44	0,48	63	0,95	0,7	-0,02	32,6	-0,15	10,85	0,06	67	-4,20	411	0,84	92	0,55	101	1,04	98	0,80
24	14,32	1,14	43	0,00	64	1,19	0,6	-1,39	30,1	-2,60	9,95	-0,99	94	1,20	393	0,42	88	-0,18	86	-0,99	79	-1,41
56	14,04	-0,19	40	-1,43	61	0,48	0,7	0,56	31,9	-0,80	10,50	-0,35	90	0,40	400	0,58	78	-2,00	76	-2,34	79	-1,41
60	13,61	-2,23	41	-0,95	58	-0,24	0,6	-1,11	31,4	-1,35			95	1,40	400	0,58	97	1,45	93	-0,04	95	0,45
92	12,81	-6,02	43	0,00	60	0,24			31,9	-0,80			96	1,60								
101			44	0,48	62	0,71			32,0	-0,70			93	1,00	479	2,42	95	1,09	106	1,72	101	1,15
102	12,30	-8,44	48	2,14	60	0,24	77,0	1417,04	34,5	1,80			87	-0,20			90	0,18	116	3,07	103	1,38
110	14,29	1,00	46	1,43	62	0,71	75,0	1379,90	32,8	0,10	10,75	-0,06	74	-2,90	384	0,21	82	-1,27	91	-0,31	93	0,22
120	14,25	0,81	37	-3,10	57	-0,60	0,5	-2,97							532	3,65	86	-0,64	88	-0,72	87	-0,48
126	14,10	0,09	44	0,48	62	0,71	0,7	-0,56	32,3	-0,40	10,90	0,12	93	1,00	412	0,86	88	-0,18	96	0,36	91	-0,01
175	13,90	-0,85	40	-1,43	53	-1,43	0,7	0,93	33,7	1,00			91	0,50	647	6,33	91	0,36	92	-0,18	94	0,34

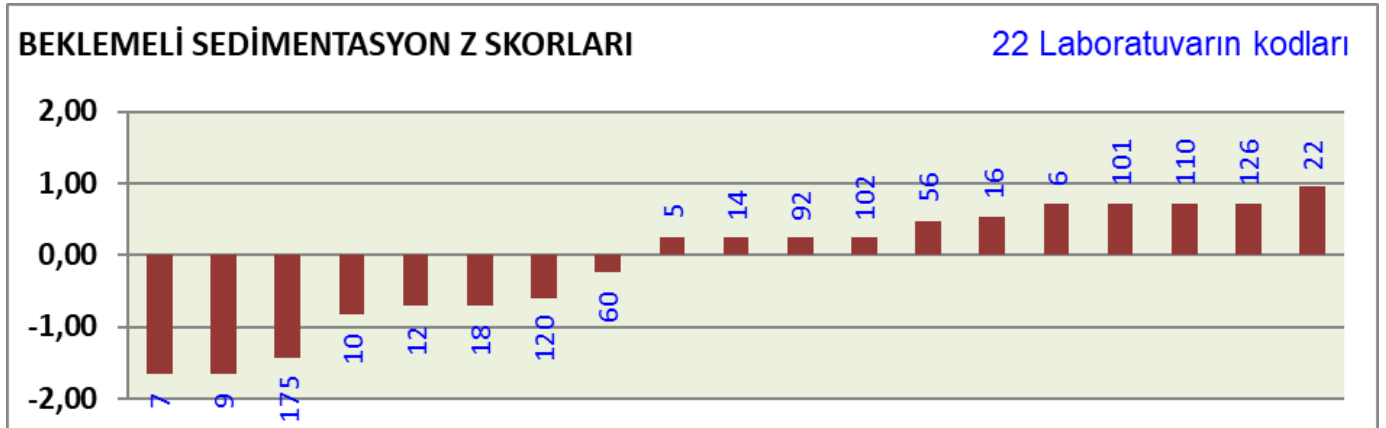
Şekil 1.1 Protein (%KM) z prime Skorları Histogramı



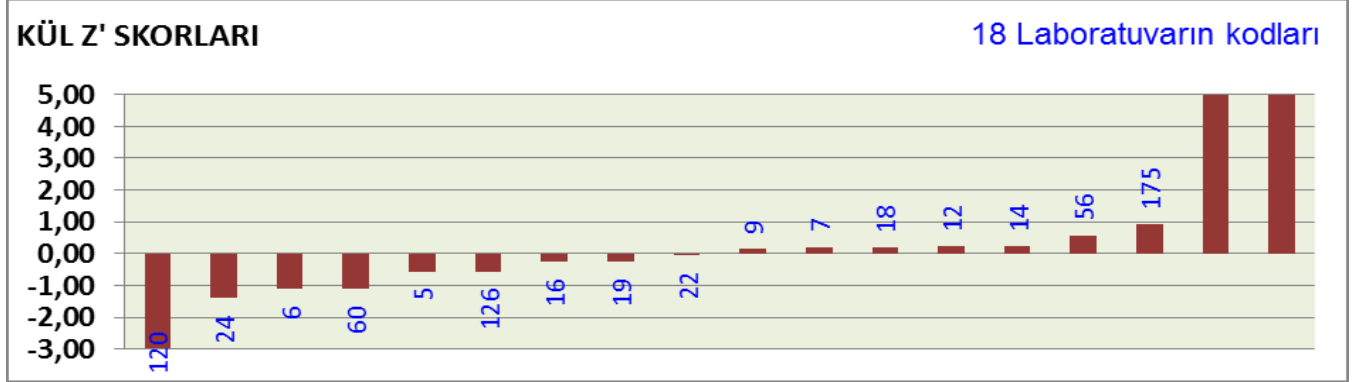
Şekil 1.2 Zeleny Sedimentasyon z Skorları Histogramı



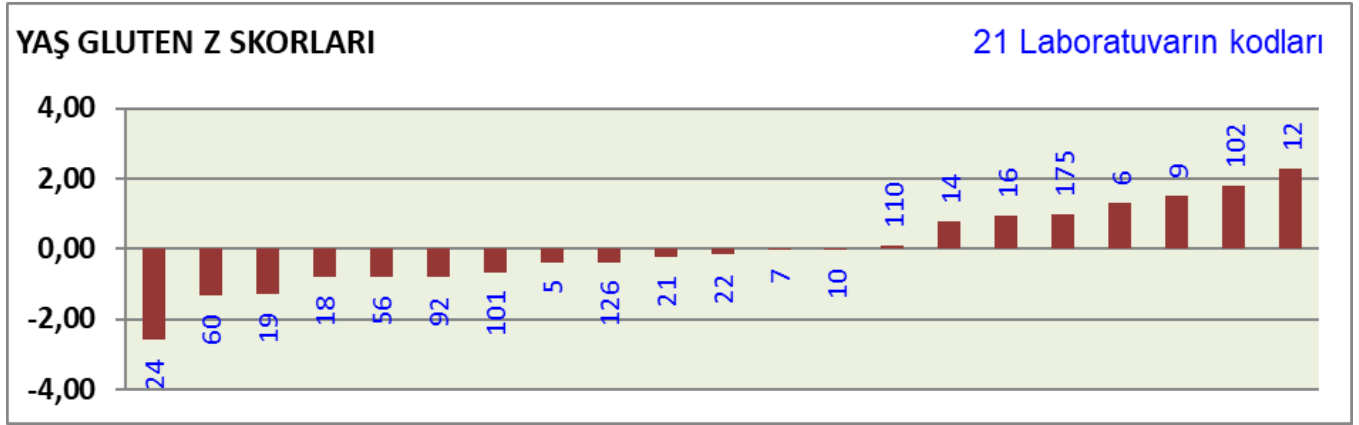
Şekil 1.3 Beklemeli (Modifiye) Sedimentasyon z Skorları Histogramı



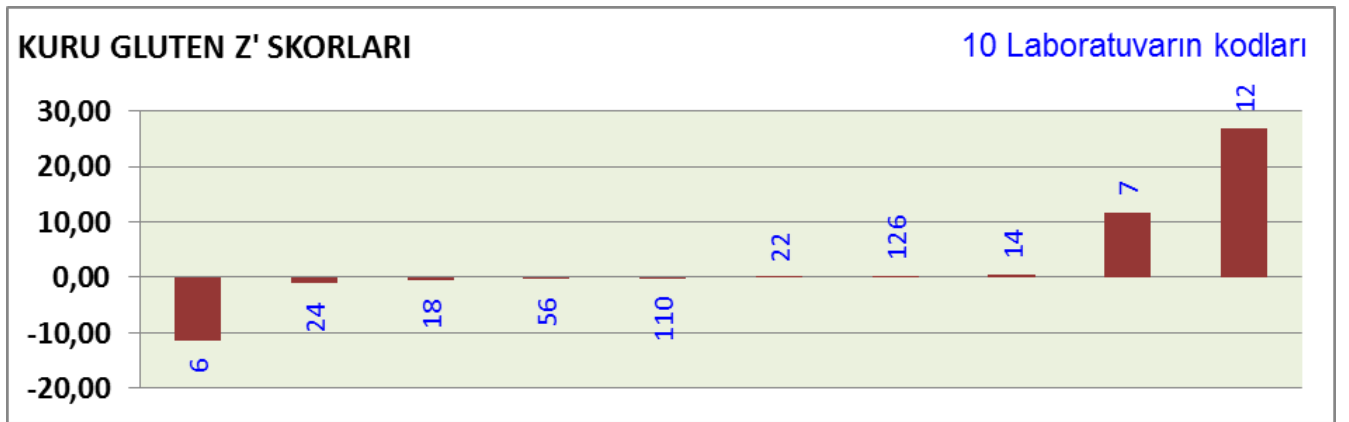
Şekil 1.4 Kül (% KM) z Prime Skorları Histogramı



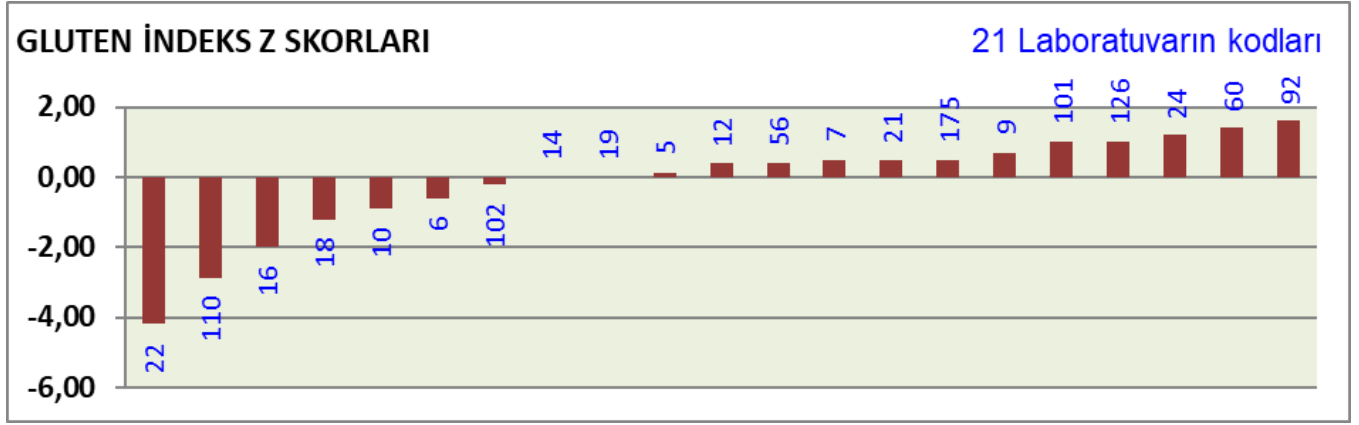
Şekil 1.5 Yaş Gluten z Skorları Histogramı



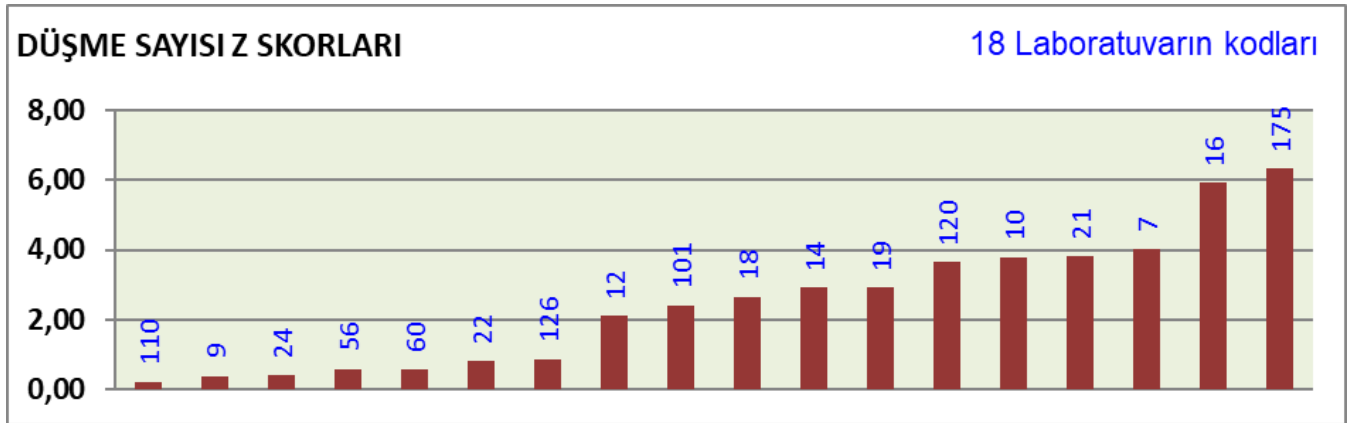
Şekil 1.6 Kuru Gluten z Prime Skorları Histogramı



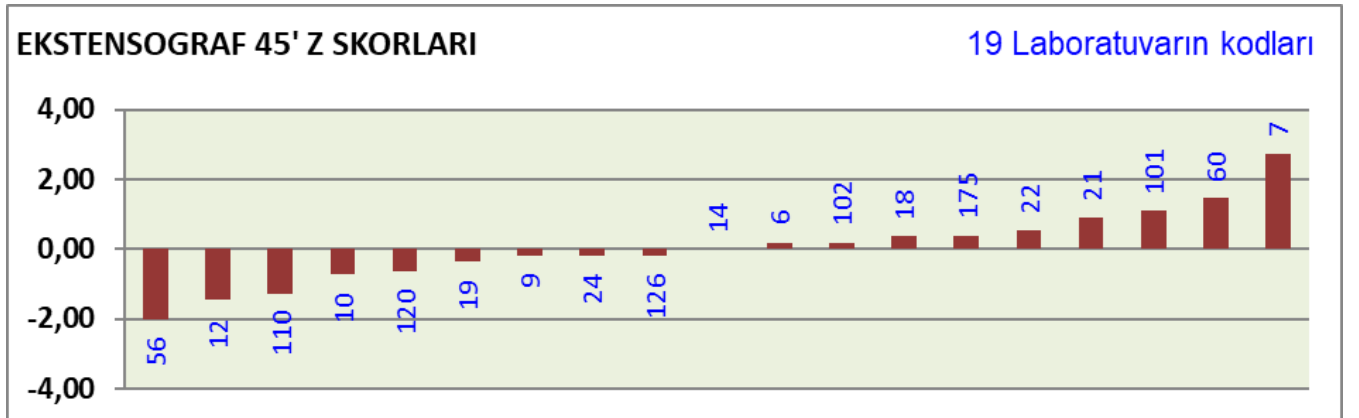
Şekil 1.6 Gluten İndeks z Skorları Histogramı



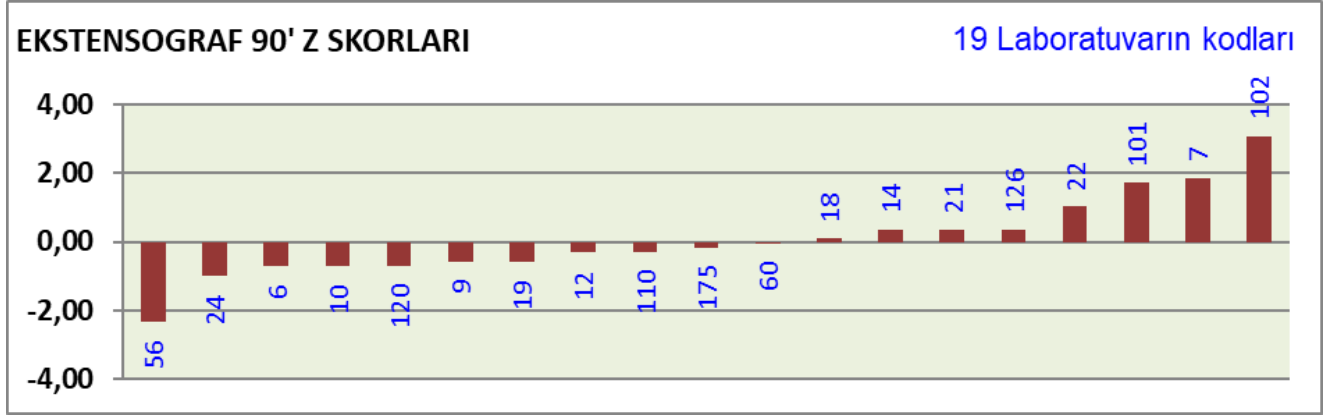
Şekil 1.7 Düşme Sayısı z Skorları Histogramı



Şekil 1.8 Ekstensograf 45. dakika z Skorları Histogramı



Şekil 1.9 Ekstensograf 90. dakika z Skorları Histogramı



Şekil 1.10 Ekstensograf 135. dakika z Skorları Histogramı

