

Sertifikalı Karbon İzotop ($\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$) Referans Malzemeleri

UME CRM 1309 - Sakkaroz

UME CRM 1310 – Glikoz

UME CRM 1311 - Fruktoz

UME CRM 1312 – Bal (Şeker katkısız)

UME CRM 1313 – Bal (Şeker katkılı)

Raporu Hazırlayanlar

Adnan ŞİMŞEK
Alper İŞLEYEN
Kevser TOPAL

Tarih
21/09/2016


Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ
Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	2
KISALTMALAR	3
ÖZET	5
GİRİŞ	5
KATILIMCILAR.....	6
MALZEME İŞLEME.....	7
HOMOJENLİK.....	7
KARARLILIK	9
Kısa Dönem Kararlılık Çalışması	10
Uzun Dönem Kararlılık Çalışması.....	11
KARAKTERİZASYON	12
ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI	13
EK BİLGİLER	14
İZLENEBİLİRLİK	14
KULLANIM TALİMATI	15
TEŞEKKÜR.....	15
REVİZYON TARİHÇESİ.....	16
Ek 1. CRM 1309-1313 Homojenlik Verileri.....	16
Ek 2. Homojenlik Grafikleri	18
Ek 3. UME CRM 1309-1313 Kısa Dönem Kararlılık (KDK) Verileri	20
Ek 4. UME CRM 1309-1313 Kısa Dönem Kararlılık (KDK) Grafikleri (4 °C ve 60 °C).....	23
Ek 5. UME CRM 1309-1313 Uzun Dönem Kararlılık Verileri (UDK).....	25
Ek 6. UME CRM 1309-1313 Uzun Dönem Kararlılık (UDK) Grafikleri.....	28
Ek 7. UME CRM 1309-1313 Karakterizasyon Verileri.....	30
Ek 8. UME CRM 1309-1313 Karakterizasyon Grafikleri.....	31
Ek 9. CCQM K-140 UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız) İçin Ulusal Metroloji Enstitülerinin Uluslararası Karşılaştırma Sonuçları	32

KISALTMALAR

ANOVA	Varyans analizi
SRM	Sertifikalı referans malzeme
EA	Elemental Analizör
IAEA	Uluslararası Atom Enerjisi Kurumu (Avusturya)
IJS	Jozef Stefan Enstitüsü (Slovenya)
IRMS	İzotop Oranı Kütle Spektrometresi
ISO	Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu
LGC	Laboratory of the Government Chemist (İngiltere)
UDK	Uzun Dönem Kararlılık
MS _{between}	ANOVA'da üniteler arası karelerin ortalaması
MS _{within}	ANOVA'da ünite içi karelerin ortalaması
NIM	National Institute of Metrology (Çin Halk Cumhuriyeti)
NMIA	National Measurement Institute (Avustralya)
RSD	Bağıl standart sapma
RSIL	Reston Stable Isotope Laboratory (Amerika Birleşik Devletleri)
SI	Uluslararası Birimler Sistemi
KDK	Kısa Dönem Kararlılık
TRaNS	Tabakalı rastgele numune seçimi yazılımı
VPDB	Vienna Pee Dee Belemnite

SEMBOLLER

α	Anlamlılık seviyesi
δ	Delta değeri
N	Ünite başına tekrar sayısı
n	Sonuçları kabul edilmiş laboratuvar sayısı
s	Standard sapma
s_{bb}	Üniteler arası standart sapma
$s_{bb,rel}$	Üniteler arası bağıl standart sapma
ss	Kabul edilmiş katılımcı laboratuvar sonuçlarının ortalamalarının standart sapması
s_{wb}	Ünite içi standart sapma
$s_{wb,rel}$	Ünite içi bağıl standart sapma
u_{bb}	Üniteler arası heterojenliğe bağlı standart belirsizlik
$u_{bb,rel}$	Üniteler arası heterojenliğe bağlı bağıl standart belirsizlik
u^*_{bb}	Metot tekrarlanabilirliğince gizlenmiş heterojenliğe bağlı standart belirsizlik
$u^*_{bb,rel}$	Metot tekrarlanabilirliğince gizlenmiş heterojenliğee bağlı bağıl standart belirsizlik
u_{char}	Karakterizasyona bağlı standart belirsizlik
\bar{u}_{labs}	Katılımcı laboratuvarların raporladıkları standart belirsizliklerin ortalaması
u_{lts}	Uzun dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
u_{sts}	Kısa dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
\bar{t}	Bütün zaman noktalarının ortalaması
t_{α}	Çift kuyruklu kritik t değeri (t testi)
t_i	Her bir paralel için zaman noktası

ÖZET

Bu rapor, UME CRM 1309 (sakkaroz), UME CRM 1310 (glikoz), UME CRM 1311 (fruktoz), UME CRM 1312 (şeker katkısız bal) ve UME CRM 1313 (şeker katkılı bal) referans malzemelerin üretimi ve bu malzemelerin $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (delta) değerlerinin sertifikalandırılması sürecini içermektedir. Bu malzemeler ISO Guide 34:2009 rehberinin gerekliliklerine göre üretilmiştir [1]. Başlangıç hammaddeleri sakkaroz, glikoz ve fruktoz (en az % 99 saflıkta) ve ballar (şeker katkısız ve şeker katkılı) çeşitli üreticilerden satın alınmıştır.

Üniteler arası homojenlik ve kararlılık testleri ISO Guide 35:2006 [2] rehberine göre gerçekleştirilmiştir. Karakterizasyon çalışması ise ISO Guide 34 rehberinde belirtilmiş olan bir veya daha fazla bağımsız referans metotların tek veya daha fazla laboratuvarca uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Ön ölçümler, dolun, etiketleme, homojenlik, kısa ve uzun dönem kararlılık testleri TÜBİTAK UME laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Karakterizasyon çalışmaları ise laboratuvarlar arası karşılaştırma yolu ile yapılmıştır. UME CRM 1309 (sakkaroz), UME CRM 1310 (glikoz), UME CRM 1311 (fruktoz), UME CRM 1312 (şeker katkısız bal) ve UME CRM 1313 (şeker katkılı bal) malzemeleri yurt içi laboratuvarlara gönderilerek analiz ettirilmiş ve $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değerleri belirlenmiştir. Bu çalışmalara ek olarak UME CRM 1312 (şeker katkısız bal) malzemesi yurtdışındaki ulusal metroloji enstitülerine gönderilerek CCQM-IAWG (İnorganik Analizler Çalışma Grubu, Madde Miktarı Danışma Komitesi) tarafından organize edilerek LGC tarafından koordine edilen CCQM-K.140 karşılaştırmasında $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değeri belirlenmiştir. CCQM-K.140 karşılaştırmasından elde edilen veriler "Ek Bilgiler" kısmında paylaşılmıştır. UME CRM 1312 için her iki karşılaştırma sonuçlarından elde edilen $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değerleri karşılaştırıldığında sonuçlar arasında önemli bir fark olmadığı sonucuna varılmıştır.

GİRİŞ

Bal, son yıllarda ticari önemi gittikçe artan ve gıda maddesi olarak çok yaygın olarak kullanılan bir üründür. Türkiye'de tüketilen gıda ürünleri arasında bal önemli yer tutmaktadır. Bu nedenle balın sahte (şeker katkılı) olup olmadığını anlamak önem kazanmaktadır. Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı'nın bal için kalite parametrelerinin tanımlandığı ve Resmi Gazete'de yayınlanmış "Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği" mevcuttur [3].

Klasik laboratuvar ölçüm metotlarıyla baldaki şeker katkısını belirlemek her zaman mümkün olmadığı için $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ izotop oranları tayini yöntemi kullanılmaktadır. Baldaki şeker katkısını belirlemek için bal ve balın kendi proteini, Isotope Ratio Mass Spectrometry (IRMS) cihazında analiz edilmekte ve $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ delta değerleri bulunmaktadır. Şeker katkısız balların $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) değerleri -23 ile -28, şeker katkılı balların $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) değerleri ise -9 ile -15 arasında değişmektedir [4,5]. Dolayısıyla bu alanda ölçüm yapan laboratuvarların ihtiyaçları doğrultusunda belirtilen $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değer aralıklarında uygun referans malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır.

Sertifikalı Referans Malzemeler (SRM) metodun geçerli kılınması, kalibrasyon veya ham ölçüm sonuçlarının düzeltilmesi amacıyla kullanılmaktadır. SRM'lerin kullanımı ölçüm kalitesinin sağlanması için en önemli araçlardandır. Bu amaçla kullanıcıların doğru SRM seçiminin yanı sıra seçilen SRM'nin doğru kullanımı da oldukça önemlidir.

UME CRM 1309, UME CRM 1310, UME CRM 1311, UME CRM 1312 ve UME CRM 1313 üretimi ve sertifikalandırması ISO Guide 34 ve ISO Guide 35 rehberlerinde belirtilen gerekliliklere uygun olarak TÜBİTAK UME alt yapısı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretimi ve sertifikalandırılması hedeflenen malzemeler, yurt içi laboratuvarların gereksinimleri ve piyasada benzer özelliklerde sertifikalı referans malzemelerin bulunmaması veya pahalı olması göz önüne alınarak belirlenmiştir. Üretilen tüm CRM'lerin $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ sertifika değerleri laboratuvarlar arası karşılaştırma sonuçlarının ortalaması alınarak belirlenmiştir.

KATILIMCILAR

Numune alma, malzeme işleme, homojenlik, kararlılık ve karakterizasyon ve uluslararası karşılaştırma çalışmalarına katılan kurum ve kuruluşlar Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Üretim ve Sertifikalandırma Sürecinde Görev Almış Kurum ve Kuruluşlar

Eylemler	Laboratuvarlar
Proje Yönetimi ve Veri Değerlendirme	<ul style="list-style-type: none"> TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye
Numune Alma ve İşleme	<ul style="list-style-type: none"> TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye
Homojenlik Çalışması	<ul style="list-style-type: none"> TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye
Kararlılık Çalışması	<ul style="list-style-type: none"> TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye (Kısa ve Uzun Dönem Kararlılık Çalışmaları)
Karakterizasyon Çalışması (alfabetik sıra)	<ul style="list-style-type: none"> Akdeniz Üniversitesi, Gıda Güvenliği ve Tarımsal Araştırmalar Merkezi, Kampüs, 07058, Antalya, Türkiye Altıparmak Gıda San. ve Tic. A.Ş. Çavuşbaşı Cad., No:70 Çekmeköy, İstanbul, Türkiye Arıgıda Kontrol ve Araştırma Laboratuvarı, Bağlar Mah. Endüstri Sok. No:7 Kozan, Adana, Türkiye Ege Üniversitesi (Argefar), İlaç Geliştirme ve Farmakokinetik Araştırma ve Uygulama Merkezi, Çevre ve Gıda Analizleri Laboratuvarı, 35100, Bornova, İzmir, Türkiye Türkiye Atom Enerjisi Kurumu (TAEK), Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi, Saray Mah. Atom Cad. No:27, 06983, Kazan, Ankara, Türkiye Türk Standartları Enstitüsü (TSE), TSE Gebze Kalite Kampüsü, Cumhuriyet Mah. Çayırova tren istasyonu yanı, 2258 Sok. Gebze, Kocaeli, Türkiye TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye
CCQM-K140 Uluslararası Karşılaştırma, UME CRM 1312 (alfabetik sıra)	<ul style="list-style-type: none"> Jozef Stefan Institute (IJS), Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenya LGC Ltd, Queen`s Road, Teddington, Middlesex, TW11 OLY, İngiltere National Measurement Institute, 105 Delhi Rd, North Ryde, NSW 2113, Avustralya National Institute of Metrology, No.18, Bei San Huan Dong Lu, Chaoyang District, Çin Halk Cumhuriyeti TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), Gebze, Kocaeli, Türkiye

MALZEME İŞLEME

Aday referans malzemeler, sakkaroz (Sigma-Aldrich, Cas no: 57-50-1, Cat. No: S7903), glikoz (Merck, Cas No: 50-99-7, Cat No: 346351) ve fruktoz (Sigma-Aldrich, Cas No: 57-47-7, Cat. No: F0127) \geq %99 saflıklarla yerel firma temsilcileri aracılığıyla satın alınmıştır. Şeker katkısız bal (ve şeker katkılı bal numuneleri ise yerel marketlerden satın alınmıştır. Toz halinde bulunan sakkaroz, glikoz ve fruktoz 3D karıştırıcı (Willy A. Bachofen AG Maschinenfabrik, TURBULA® T10-B, İsviçre) ile, bal numuneleri ise mekanik karıştırıcı (Heidolph, RZR 2051 Control, Almanya) ile homojen hale getirilmiştir. Homojen hale getirilen ürünler 5 ml'lik amber cam şişelere her ürün için toplam 200 ünite olacak şekilde tartılarak doldurulmuştur. Toz ürünler her bir üniteye yaklaşık 1'er gram, bal ürünleri ise yaklaşık 2'şer gram olacak şekilde doldurulmuştur.

Tedarik edilen numuneler için tahmini bir aralık belirlemek amacıyla $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ izotop oranları tayini yapılarak $\delta^{13}\text{C}$ delta değerleri belirlenmiştir. Bal numuneleri olarak şeker katkılı ve şeker katkısız bal hedeflenmiştir. Bu balların her ikisinin de seçilmesinin nedeni ise $\delta^{13}\text{C}$ değerlerinin birbirinden çok farklı oluşudur. Şeker katkısız balların $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) değerleri -23 ile -28, şeker katkılı balların $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) değerleri ise -9 ile -15 arasında değişmektedir [4,5]. Ön çalışmalarda analiz edilen balların $\delta^{13}\text{C}$ değerleri yaklaşık -24 ve -12 bulunmuş ve bu ballar sırasıyla şeker katkısız ve şeker katkılı ballar olarak tanımlanmıştır. Şeker katkısız balı referans malzeme olarak seçmek için hem balın hem de aynı bala ait proteinin $\delta^{13}\text{C}$ delta değerleri tayin edilmiştir. Balın şeker katkısız olarak nitelendirilmesi için bal ve bu bala ait proteinin $\delta^{13}\text{C}$ delta değerleri arasındaki farkın 1'den küçük olması gerekmektedir [4,5]. Yapılan analizde bu değer 1'den küçük bulunmuş ve bu bal sertifikalı referans malzeme olarak üretilmek üzere ayrılmıştır. $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ izotop oranları delta değeri belirleme ön analizleri EA-IRMS cihazında (ThermoFinnigan MAT 253, Almanya) gerçekleştirilmiştir. Bütün aday referans malzemeler (kararlılık test numuneleri hariç) üretimden sonra homojenlik, kararlılık, karakterizasyon ve sertifikasyon sonrası izleme testleri için referans sıcaklıkta (18 °C) muhafaza edilmiştir. Aday referans malzemeler için hedeflenen $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) değer aralıkları Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Aday Referans Malzemelerin Hedeflenen $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰) Değerleri

Malzeme	Hedef Değer Aralığı, $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ (‰)
Sakkaroz (UME CRM 1309)	-25 – -28
Glikoz (UME CRM 1310)	-10 – -12
Fruktoz (UME CRM 1311)	-10 – -12
Bal, şeker katkısız (UME CRM 1312)	-24 – -27
Bal, şeker katkılı (UME CRM 1313)	-11 – -18

HOMOJENLİK

Üniteler arası homojenlik çalışması, atanmış değerlerin tüm üniteler için belirtilen belirsizlik dahilinde geçerli olduğunu göstermek için yapılır. Üretimin tamamını temsil edilecek sayıda örnek ile üniteler arası homojenlik çalışması gerçekleştirilir. Bu projede üniteler arası homojenlik çalışması için 20 ünite (10 yedek) tabakalı rastgele numune seçimi yazılımı (TRaNS) kullanılarak ayrılmıştır. Homojenlik analizleri tüm SRM'ler için her bir üniteden üç alt örneğin ölçümü ile tekrarlanabilirlik

koşulları altında gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde geçerli kılınmış metot kullanılmış olup, örnekler analitik ölçüm sırası ve dolum sırasındaki olası eğilimleri ortaya çıkarmak için karışık (rastgele) olarak cihaza sunulmuştur. Sertifikalı referans malzeme örnekleri de test örnekleri ile aynı dizin içinde analiz edilmiştir. Tüm ölçümler EA-IRMS cihazı ile yapılmıştır. Homojenliğe ait tüm ölçümler için elde edilen veriler Ek 1’de, grafikler ise Ek 2’de verilmiştir.

Tüm SRM’ler için elde edilen veriler, ünitelerin analiz sırasına göre ve dolum sırasına göre herhangi bir eğilim olup olmadığının tespiti için istatistiksel olarak regresyon analiz yöntemi ile değerlendirilmiştir. Buna göre yapılan değerlendirmeler sonucunda, %95 ve %99 güven aralığında arasında hiçbir SRM için eğilim bulunmamıştır.

Tüm verilere Grubbs testi uygulanarak %95 ve %99 güven aralığında aykırı değer olup olmadığı incelenmiştir. Buna göre her bir SRM için veriler tek tek incelendiğinde dağılımın normal olduğu görülmüş ve herhangi bir aykırı değer tespit edilmemiştir (Tablo 3).

Tablo 3. Homojenlik (UME CRM 1309-1313) İstatistiksel Değerlendirme Sonuçları

SRM	Eğilim Var mı?		Aykırı Değer Var mı?		Dağılım
	Analitik sırası	Dolum sırası	Tüm veriler	Ünitelerin ortalamaları	Tüm veriler
Sakkaroz (UME CRM 1309)	Yok	Yok	Yok	Yok	Normal/Tek Tepeli
Glikoz (UME CRM 1310)	Yok	Yok	Yok	Yok	Normal/Tek Tepeli
Fruktoz (UME CRM 1311)	Yok	Yok	Yok	Yok	Normal/Tek Tepeli
Bal, şeker katkısız (UME CRM 1312)	Yok	Yok	Yok	Yok	Normal/Tek Tepeli
Bal, şeker katkılı (UME CRM 1313)	Yok	Yok	Yok	Yok	Normal/Tek Tepeli

Varyans analizi (ANOVA) malzemelerin homojenliklerinden gelen belirsizlik katkılarını hesaplamak için istatistiksel araç olarak kullanılır. Tüm veriler tek yönlü ANOVA uygulanmadan önce normal olasılık dağılım eğrileri, Shapiro-Wilk testi ve histogram diyagramları kullanılarak tektepelili (normal) dağılım bakımından incelenmiş ve verilerin normal dağılım gösterdiği görülmüştür. Denklem (1) metot tekrarlanabilirliğinin (s_{wb}), denklem (2) ise üniteler arası standart sapmanın (s_{bb}) hesaplanmasında kullanılmıştır.

$$s_{wb} = \sqrt{MS_{within}} \quad (1)$$

Burada,

MS_{within} : ünite içi varyans karelerinin ortalaması,

s_{wb} : altörnekler tüm üniteyi temsil ettiği sürece metodun “s” sine eşittir.

$$s_{bb} = \sqrt{\frac{MS_{between} - MS_{within}}{n}} \quad (2)$$

Burada,

$MS_{between}$: üniteler arası varyans karelerinin ortalaması,

n : ünite başına tekrar sayısıdır.

Metot tekrarlanabilirliğinin malzemenin homojenliğini tespit edebilecek kadar iyi bir tekrarlanabilirliğe sahip olmadığı durumlar veya ölçüm esnasında rastgele meydana gelmiş olabilecek dalgalanmalardan dolayı $MS_{between}$ MS_{within} 'den küçük olarak bulunabilmektedir. Bu durumlarda s_{bb} hesaplanamayacağından, metot tekrarlanabilirliğini de kapsayan heterojenliğin belirsizliğe katkısı olarak u^*_{bb} denklem (3) kullanılarak hesaplanır.

$$u^*_{bb} = \frac{s_{wb}}{\sqrt{n}} \sqrt[4]{\frac{2}{v_{MS_{within}}}} \quad (3)$$

Burada, $v_{MS_{within}}$, MS_{within} 'in serbestlik derecesidir.

Homojenlik çalışmasından elde edilen belirsizlik değerleri Tablo 4'de verilmiştir.

Tablo 4. Homojenlik çalışmasının sonuçları

SRM	Ortalama değer, $\delta^{13}\text{C}_{VPDB}$ (‰)	$s_{wb,rel}$ %	$s_{bb,rel}$ %	$u^*_{bb,rel}$ %	$u_{bb,rel}$ %
Sakkaroz (UME CRM 1309)	-26,75	0,43	0,21	0,14	0,21
Glikoz (UME CRM 1310)	-11,05	0,90	$MS_{between} < MS_{within}$	0,29	0,29
Fruktoz (UME CRM 1311)	-10,74	0,67	$MS_{between} < MS_{within}$	0,22	0,22
Bal (şeker katkısız) (UME CRM 1312)	-24,18	0,26	0,12	0,08	0,12
Bal (şeker katkılı) (UME CRM 1313)	-11,58	0,57	0,26	0,18	0,26

Homojenlik testi veri değerlendirme sonucunda UME CRM 1310 ve UME CRM 1311 için hesaplanan $MS_{between}$ değerleri MS_{within} değerlerinden daha düşük bulunmuştur. Bu iki durum için u^*_{bb} hesaplanmış ve homojenlikten kaynaklanan belirsizlik katkısı olarak kullanılmıştır.

KARARLILIK

Kararlılık çalışmaları, sertifikalı referans malzemenin kullanıcıya gönderilmesi sırasında meydana gelebilecek çevresel şartların (kısa dönem kararlılık) ve depolama koşullarının (uzun dönem kararlılık) laboratuvarında benzer koşullar yaratılması ile gerçekleştirilmiştir.

Kısa Dönem Kararlılık Çalışması

Kararlılık çalışmaları ISO Guide 35'de belirtilen eşzamanlı ölçüm tasarımı (isochronous design) ile gerçekleştirilmiştir [2]. Kısa Dönem Kararlılık (KDK) testleri için iki farklı sıcaklık (4 ve 60 °C) seçilmiş ve 4 zaman noktasında (1, 2, 3 ve 4 hafta) test edilmiştir. TRaNS ile 10 adet numune seçilmiştir. 8 adet numune belirlenen sıcaklık ve zaman süresince test edilmiştir.

Test süresi tamamlanan örnekler +18°C (referans sıcaklık) sıcaklığa taşınmıştır. Tüm örnekler aynı anda analiz edilmiştir. Her bir ünite için EA-IRMS cihazında aynı tekrarlanabilirlik koşulları altında ¹³C/¹²C izotop oranı delta değerlerinin belirlenmesi için 3 tekrarlı analiz yapılmıştır.

Her bir sıcaklıktaki değerler, tek yönlü Grubbs testi uygulanarak hem %95 hem de %99 güven aralığında aykırı değerler açısından incelenmiştir. Aykırı değerler tüm SRM'ler için Tablo 5'te verilmiştir. Söz konusu aykırı değerler için herhangi bir teknik gerekçe tespit edilemediğinden KDK değerlendirmesine dahil edilmiştir.

Kısa dönem kararlılık verilerinin değerlendirilmesinde her bir zaman noktası için hesaplanan değerlerin zamana karşı grafiği çizilmiştir. Zamana karşı $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değerlerinde herhangi anlamlı bir değişim olup olmadığının belirlenmesi için değişkenler arasındaki ilişki incelenmiştir (*regression analysis*). Her bir SRM için çizilen eğim çizgileri için %95 güven aralığında uygulanan istatistiki değerlendirme sonucu eğimin sıfırdan anlamlı derecede farklı olmadığı tespit edilmiştir. Kısa dönem kararlılık testi ile ilgili tüm veriler Ek 3'te, grafikler ise Ek 4'de verilmiştir.

Kısa dönem kararlılığa ilişkin olarak belirsizlik hesaplamaları denklem (4) kullanılarak hesaplanmıştır. Malzemenin transferi için seçilen en uzun süre 4 haftadır.

$$u_{ls} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (4)$$

RSD : Kısa dönem kararlılık verilerinden elde edilen rölatif standart sapma

t_i : Her bir tekrar için zaman noktası

\bar{t} : Tüm zaman noktalarının ortalaması

t : Transfer için önerilen maksimum süre (4 hafta)

Kısa dönem kararlılık çalışmasından elde edilen sonuçlar Tablo 5'te verilmiştir.

Tablo 5. Kısa dönem kararlılık testi sonuçları

SRM	4 °C u _{sts}	60 °C u _{sts}	%95 Güven Aralığındaki Aykırı Değer Sayısı*		%99 güven Aralığındaki Aykırı Değer Sayısı*		%95 güven aralığında anlamlı bir eğilim var mı?		%99 güven aralığında anlamlı bir eğilim var mı?	
			4 °C	60 °C	4 °C	60 °C	4 °C	60 °C	4 °C	60 °C
Sakkaroz (UME CRM 1309)	0,17	0,09	1	1	1	1	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır
Glikoz (UME CRM 1310)	0,06	0,05	-	-	-	-	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır
Fruktoz (UME CRM 1311)	0,07	0,08	-	-	-	-	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır
Bal, şeker katkısız (UME CRM 1312)	0,05	0,04	1	-	-	-	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır
Bal, şeker katkılı (UME CRM 1313)	0,05	0,04	-	-	-	-	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır

*SGT: Tekli Grubbs Testi

Yapılan değerlendirme sonucunda, referans malzemelerin sıcaklığın +60 °C'yi ve sürenin 4 haftayı geçmemesi şartıyla herhangi bir soğutma önlemi almadan son kullanıcıya ulaştırılabileceğini göstermiştir. SRM belirsizliğine kısa dönem kararlılık katkısı hesaplanırken +60 °C'de 4 hafta için belirlenen u_{sts} kullanılmıştır.

Uzun Dönem Kararlılık Çalışması

Üretilen SRM'nin raf ömrü, uzun dönem kararlılık çalışmaları ile belirlenir. Uzun Dönem Kararlılık (UDK) testleri için 25 °C sıcaklık seçilmiş ve toplam 52 (26 yedek) ünite analiz için ayrılmıştır. Bu üniteler en uzun 12 ay süresince 25 °C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir. Her bir zaman noktası için iki ünite (0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 ve 12 ay) 25 °C sıcaklıkta muhafaza edilerek test süresi bitiminde 18 °C (referans sıcaklık) sıcaklığa aktarılmıştır. Her bir üniteden 3 paralel olacak şekilde hazırlanan örnekler tekrarlanabilirlik koşulları altında IRMS-EA cihazında analiz edilerek $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değerleri elde edilmiştir.

Elde edilen veriler içerisinde, tek yönlü Grubbs test uygulanarak %95 ve %99 güven aralıklarında aykırı değer olup olmadığı incelenmiştir. Tespit edilen aykırı değerlerin sayısı Tablo 6'da verilmiştir. Tespit edilen aykırı değerler için geçerli teknik gerekçe bulunmadığından bu değerler uzun dönem kararlılık verilerinin değerlendirmesi sırasında veri setine dahil edilmiştir. Uzun dönem kararlılık çalışmaları ile ilgili tüm veriler Ek 5'te, grafikler ise Ek 6'da verilmiştir.

UDK değerlendirmesinde her bir zaman noktası için hesaplanan ortalama değerlere karşı zaman grafiği çizilmiştir. Test süresi ile $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ değerleri arasında anlamlı bir değişim olup olmadığını anlamak için değişkenler arasındaki ilişki incelenmiştir (regression analysis). Yapılan değerlendirme sonunda tüm SRM'ler için %95 güven aralığında eğimin sıfırdan anlamlı şekilde farklı olmadığı belirlenmiştir. UDK'nın 25 °C'de 5 yıl için belirsizliğe katkısı, u_{its}, denklem (5) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$u_{IIS} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (5)$$

Burada,

RSD : Kararlılık çalışmasında elde edilen bütün sonuçların bağıl standart sapması,

t_i : Her bir paralel için zaman noktası,

\bar{t} : Bütün zaman noktalarının ortalaması,

t : 25 °C'de önerilen raf ömrüdür.

Tüm SRM'lerin raf ömrü satış sonrası 5 yıl olarak öngörülmüştür. Daha uzun sürede sertifika değerlerinin geçerliliğini kontrol etmek için sürekli sertifika sonrası izleme çalışmaları yapılacaktır.

Tablo 6. Uzun dönem kararlılık testi sonuçları

SRM	u_{IIS} (%)	%95 Güven Aralığındaki Aykırı Değer Sayısı	%99 Güven Aralığındaki Aykırı Değer Sayısı	%95 güven aralığında anlamlı bir eğilim var mı?	%99 güven aralığında anlamlı bir eğilim var mı?
UME CRM 1309	0,11	1	1	Hayır	Hayır
UME CRM 1310	0,15	1	1	Hayır	Hayır
UME CRM 1311	0,12	-	-	Hayır	Hayır
UME CRM 1312	0,12	1	-	Hayır	Hayır
UME CRM 1313	0,20	-	-	Hayır	Hayır

KARAKTERİZASYON

ISO Guide 34 rehberine göre karakterizasyon ve değer atama çeşitli yollardan yapılabilmektedir [1]. Bu projede karakterizasyon çalışması, izlenebilirliği VDPB referans ölçeğine göre tanımlı spesifik ölçülen büyüklüğün yetkin laboratuvarlarca ölçülmesi ile gerçekleştirilmiştir. Katılımcı laboratuvarlar için seçim kriterleri aşağıdaki şekilde tanımlanmıştır:

- $\delta^{13}C_{VPDB}$ analizlerinde tecrübeli olmak,
- aynı ya da benzer matrislerin ölçümlerinde akreditasyon belgesine sahip olmak,
- yeterlilik testlerinden başarılı sonuçlar elde etmiş olmak.

Tüm SRM adayları (UME CRM 1309, 1310, 1311, 1312 and 1313) 6 farklı laboratuvara gönderilmiştir. Buna ilaveten, UME CRM 1312 (bal, şeker katkısız), CCQM-K140 anahtar karşılaştırmasına katılan ulusal metroloji enstitülerine gönderilmiştir. Bu karşılaştırmayla ilgili bilgiler "Ek Bilgiler" bölümünde verilmiştir. Karakterizasyon ve uluslar arası anahtar karşılaştırma çalışmalarına katılan laboratuvarların listesi Tablo 1'de verilmiştir.

Laboratuvarlar ölçümlerinde geçerli kılınmış metotlar kullanmışlardır. Her laboratuvara 2 ünite numune gönderilmiş olup bu ünitelerin seçimi TRaNS ile üretilen tüm partiyi temsil edecek şekilde yapılmıştır. Laboratuvarlardan her bir üniteden 3 bağımsız ölçüm sonucu raporlamaları istenmiştir. Böylelikle her bir laboratuvar, 2 ünite için iki farklı günde ölçüm belirsizlikleri ve bunun için benimsedikleri yaklaşımla beraber 6 adet bağımsız sonuç ve kullandıkları metotların detaylarını raporlamışlardır. Kalibrasyon/ doğrulama için kullanılan referans malzemelerin detayları ölçüm izlenebilirliğinin kaynağı olarak raporlanmıştır. Tüm katılımcı laboratuvarlar, karakterizasyon ölçümlerinde EA-IRMS metodu kullanmıştır. Karakterizasyon çalışmalarından elde edilen sonuçlar Ek 7'de, grafikler ise Ek 8'de verilmiştir.

Karakterizasyon çalışmalarında elde edilen verilerin normal dağılım gösterdiği görülmüş ve ölçümlerin belirsizlikleri "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements (GUM)" ve "EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement" dokümanlarına uygun olarak hesaplanmıştır. Karakterizasyon çalışmasının belirsizliği (u_{char}) laboratuvarların ortak çalışması ile elde edilen sonuçların birleştirilmesiyle hesaplanmış ve ISO Guide 35 rehberine göre raporlanmıştır.

Karakterizasyon çalışması için standart belirsizlik (u_{char}) laboratuvarlarca raporlanan sonuçların standart sapması ve belirsizlik değerlerinin hesaba katılmasıyla denklem (6) kullanılarak elde edilmiştir.

$$u_{char} = \sqrt{\bar{u}_{lablar}^2 + \left(\frac{SS}{\sqrt{n}}\right)^2} \quad (6)$$

Burada,

u_{char} : Karakterizasyon çalışmasının belirsizliği,

\bar{u}_{lablar} : Katılımcı laboratuvarların raporladıkları standart belirsizliklerin ortalaması,

SS : Katılımcı laboratuvarların kabul edilmiş sonuçlarının standart sapması,

n : Sonuçları kabul edilmiş katılımcı laboratuvar sayısıdır.

ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI

SRM değerlerinin ve belirsizliklerinin atanması karakterizasyonda elde edilen veriler ve bununla beraber değer belirsizliğine katkısı olan homojenlik ve kararlılık çalışmalarının verileri değerlendirilerek birleştirme yaklaşımı ile gerçekleştirilmiştir.

Karakterizasyon çalışmalarında da elde edilen veriler normal dağılım ve aykırı değer tespiti için incelenmiştir. Yapılan istatistik testleri sonucunda değerlerin doğal dağılım gösterdiği ve aykırı değer olmadığı görülmüştür.

Karakterizasyon çalışmasından elde edilen ortalama değer referans malzemenin atanmış değeri olarak belirlenmiştir. Denklem (7), referans malzemenin birleştirilmiş genişletilmiş belirsizlik hesaplamasında kullanılmıştır [6].

$$U_{CRM} = k \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{sts}^2 + u_{lts}^2} \quad (7)$$

Sertifika değerleri üzerindeki belirsizlik karakterizasyon çalışmasından gelen belirsizliği (u_{char}), homojenlikten gelen belirsizliği (u_{bb}), kısa dönem kararlılıktan gelen belirsizliği (u_{sts}) ve uzun dönem kararlılıktan gelen belirsizliği (u_{lts}) içerir. Sertifika değeri üzerindeki genişletilmiş belirsizlik değeri yaklaşık %95 güvenilirlik seviyesini temsil eden kapsam faktörü, $k=2$ temel alınarak hesaplanmıştır. Sertifika değerleri ve belirsizlikleri Tablo 7’de, her bir parametrenin sertifika değeri üzerindeki toplam belirsizliğe yapmış olduğu yüzde katkısı ise Tablo 8’de verilmiştir.

Tablo 7. Sertifika değerleri ve belirsizlik bileşenleri

SRM	Sertifika Değeri, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)	U_{CRM} , (‰) $k=2$	u_{char} (‰)	u_{bb} (‰)	u_{sts} (‰)	u_{lts} (‰)
UME CRM 1309	-26,78	0,81	0,37	0,06	0,09	0,11
UME CRM 1310	-11,19	0,68	0,29	0,03	0,05	0,16
UME CRM 1311	-10,97	0,67	0,30	0,02	0,08	0,13
UME CRM 1312	-24,02	0,68	0,31	0,03	0,04	0,12
UME CRM 1313	-11,73	0,70	0,27	0,03	0,04	0,21

Tablo 8. U_{CRM} değerini oluşturan her bir parametrenin değere yüzde katkısı

SRM	u_{char} , rel (%)	u_{bb} , rel (%)	u_{sts} , rel (%)	u_{lts} , rel (%)
UME CRM 1309	85,0	2,0	5,5	7,5
UME CRM 1310	73,8	0,9	2,1	23,2
UME CRM 1311	79,6	0,5	5,5	14,4
UME CRM 1312	85,0	0,7	1,1	13,2
UME CRM 1313	62,3	0,8	1,2	35,7

EK BİLGİLER

UME CRM 1312 (bal, şeker katkısız) sertifikalı referans malzemenin $\delta^{13}C_{VPDB}$ sertifika değeri, LGC tarafından düzenlenen ve metroloji enstitülerin katıldığı CCQM-K140 uluslararası karşılaştırma çalışması ile de doğrulanmıştır. Karakterizasyon çalışmasından elde edilen değerler ile CCQM-K140 karşılaştırma çalışmalarından elde edilen $\delta^{13}C_{VPDB}$ değerleri karşılaştırıldığında, $\delta^{13}C_{VPDB}$ değerleri sırasıyla -24,02 ve -24,09 bulunmuştur. Sonuçların belirsizlik değerleri ile birlikte değerlendirildiğinde uyumlu olduğu görülmüştür. CCQM-K140 uluslararası karşılaştırma çalışmasına ait grafikler Ek9’da verilmiştir.

İZLENEBİLİRLİK

Bu çalışmada homojenlik, kararlılık ve karakterizasyon çalışmalarında geçerli kılınmış metotlar kullanılmıştır. Ölçüm sonuçlarının düzeltilmesinde kullanılan referans malzemelere ait bilgiler Tablo 9’da verilmiştir.

Tablo 9. VPDB Referans Ölçeğine İzlenebilirlik İçin Kullanılan Referans Malzemeler

Lab No	Referans Malzeme	Malzeme kodu	İzlenebilirlik
1	Sucrose	IAEA-CH-6	IAEA
	L-glutamic acid	USGS 40	RSIL
2	Sucrose	IAEA-CH-6	IAEA
	Cellulose	IAEA-CH-3	IAEA
3	Caffeine	IAEA-600	IAEA
4	Cellulose	IAEA-CH-3	IAEA
5	Sucrose	IAEA-CH-6	IAEA
6	Cellulose	IAEA-CH-3	IAEA
7	Sucrose	IAEA-CH-6	IAEA
	Polyethylene	IAEA-CH-7	IAEA

KULLANIM TALİMATI

Saklama koşulları

Tüm SRM'ler (+20 ± 5) °C sıcaklıkta saklanmalıdır.

En az örnek alım miktarı

Homojenlik çalışmasında kullanılan en düşük miktar olan 0,2 mg, minimum örnek alım miktarı olarak belirlenmiştir.

Güvenlik uyarıları

Normal laboratuvar güvenlik önlemleri uygulanır. Malzemelerin mevcut yerel güvenlik kurallarına göre kullanımı ve atılması önemle tavsiye edilir. Malzemeler ile çalışırken tozsuz eldiven kullanılması tavsiye edilmektedir. Kullanımdan önce UME CRM 1309, UME CRM 1310 ve UME CRM 1311 için "Malzeme Güvenlik Belgesi"nin okunarak uygulanması tavsiye edilir.

TEŞEKKÜR

Bu raporun gözden geçirilmesi ve değerli yorumları için Murat Tunç, Süleyman Can ve Sema Akyürek'e, numune hazırlama ve eşzamanlı kararlılık çalışmalarındaki katkılarından dolayı Hatice Altuntaş'a teşekkürlerimizi sunarız. Ayrıca ISO Guide 34 akreditasyon denetimi sürecinde ve bu raporun hazırlanmasında değerli görüş ve önerilerini bizlerle paylaşan Leslie Coveney ve Ruth Hearn'a da teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] ISO Guide 34:2009. General requirements for the competence of reference materials producers.
 [2] ISO Guide 35:2006, Reference materials – General and statistical principles for certification.
 [3] Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği, Tebliğ No: 2012/58, 27 Temmuz 2012 tarih, 28366 sayılı Resmi Gazete.

- [4] Ruiz-Matute, A.I.; Weiss, M.; Sammataro, D.; Finley, J.; Sanz, M.L., Carbohydrate Composition of High Fructose Corn Syrups (HFCS) Used for Bee Feeding. Effect on Honey Composition. J. Agric. Food. Chem. 2010. 58, 7317-7322.
- [5] Padovan, De Jong, D.; Rodrigues L.P.; Marchini, J.S. Detection of adulteration of commercial honey samples by the 13C/12C isotopic ratio. Food Chem. 2003, 82, 633-636.
- [6] Evaluation of uncertainty in measurement - Guide to the expression of uncertainty in measurement, JCGM 100:2008.

REVİZYON TARİHÇESİ

Tarih	Açıklama
25.08.2016	İlk yayın.
21.09.2016	Belirsizlik değerleri revize edilerek sertifikalar güncellendi.

Ek 1. CRM 1309-1313 Homojenlik Verileri

Tablo E1. UME CRM 1309, Sakkaroz Homojenlik Verileri

Ünite Numaraları			Analitik Sıralama			Ölçüm Sonuçları, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)			
No	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3
1	8	8	8	11	6	16	-26,81	-26,86	-26,84
2	31	31	31	1	21	26	-26,74	-26,53	-26,86
3	49	49	49	17	27	22	-26,64	-26,75	-26,72
4	72	72	72	12	2	7	-26,79	-26,50	-26,85
5	89	89	89	8	18	28	-26,88	-26,81	-26,87
6	107	107	107	23	3	13	-26,91	-26,73	-26,69
7	129	129	129	29	9	4	-26,79	-26,81	-26,61
8	147	147	147	14	24	19	-26,65	-26,76	-26,67
9	167	167	167	10	5	25	-26,81	-26,84	-27,04
10	193	193	193	30	15	20	-26,75	-26,47	-26,62

Tablo E2. UME CRM 1310, Glikoz Homojenlik Verileri

Ünite Numaraları			Analitik Sıralama			Ölçüm Sonuçları, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)			
No	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3
1	6	6	6	2	8	17	-11,13	-11,11	-10,97
2	28	28	28	21	25	6	-11,00	-11,03	-11,00
3	49	49	49	7	13	24	-10,98	-11,07	-11,00
4	69	69	69	26	4	11	-10,94	-11,11	-11,10
5	92	92	92	14	20	30	-11,16	-11,02	-10,94
6	110	110	110	1	10	15	-11,06	-11,07	-11,09
7	130	130	130	23	29	3	-10,99	-10,80	-11,06
8	158	158	158	9	16	22	-11,01	-11,21	-11,06
9	173	173	173	27	5	12	-11,31	-10,93	-11,18
10	191	191	191	18	19	22	-11,09	-11,11	-11,02

Tablo E3. UME CRM 1311, Fruktoz Homojenlik Verileri

Ünite Numaraları			Analitik Sıralama			Ölçüm Sonuçları, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)			
No	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3
1	3	3	3	5	8	13	-10,65	-10,81	-10,75
2	24	24	24	23	29	6	-10,65	-10,79	-10,79
3	43	43	43	12	16	21	-10,72	-10,72	-10,69
4	65	65	65	27	3	9	-10,77	-10,68	-10,76
5	86	86	86	15	22	26	-10,86	-10,72	-10,74
6	104	104	104	1	10	14	-10,67	-10,77	-10,77
7	126	126	126	19	25	4	-10,85	-10,65	-10,65
8	145	145	145	11	18	24	-10,81	-10,76	-10,84
9	165	165	165	28	2	7	-10,65	-10,54	-10,75
10	185	185	185	17	20	30	-10,74	-10,78	-10,73

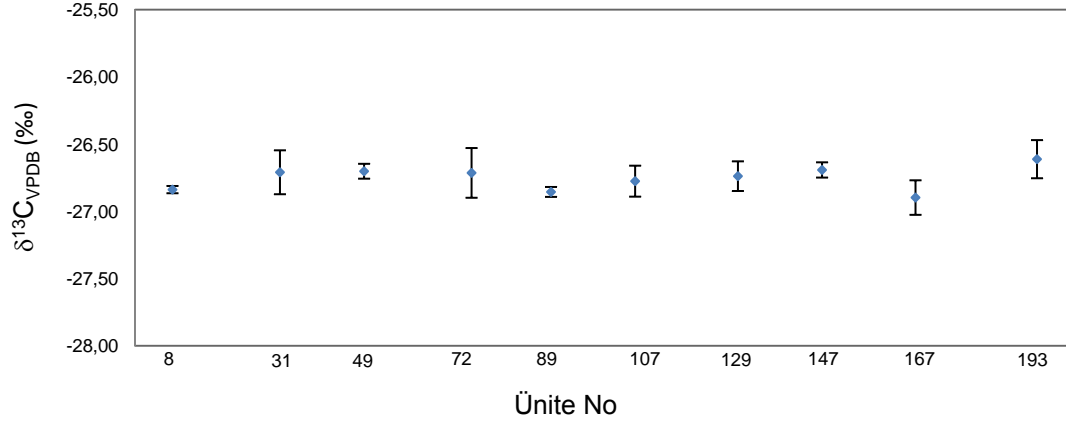
Tablo E4. UME CRM 1312, Bal (şeker katkısız) Homojenlik Verileri

Ünite Numaraları			Analitik Sıralama			Ölçüm Sonuçları, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)			
No	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3
1	10	10	10	4	12	15	-24,12	-24,04	-24,20
2	29	29	29	20	28	3	-24,20	-24,27	-24,22
3	46	46	46	9	17	23	-24,14	-24,08	-24,18
4	65	65	65	27	5	7	-24,17	-24,15	-24,13
5	88	88	88	13	24	26	-24,24	-24,23	-24,16
6	109	109	109	6	10	18	-24,25	-24,22	-24,13
7	128	128	128	21	25	1	-24,08	-24,20	-24,06
8	148	148	148	8	16	19	-24,19	-24,28	-24,18
9	169	169	169	30	2	11	-24,25	-24,18	-24,25
10	189	189	189	14	22	29	-24,03	-24,22	-24,22

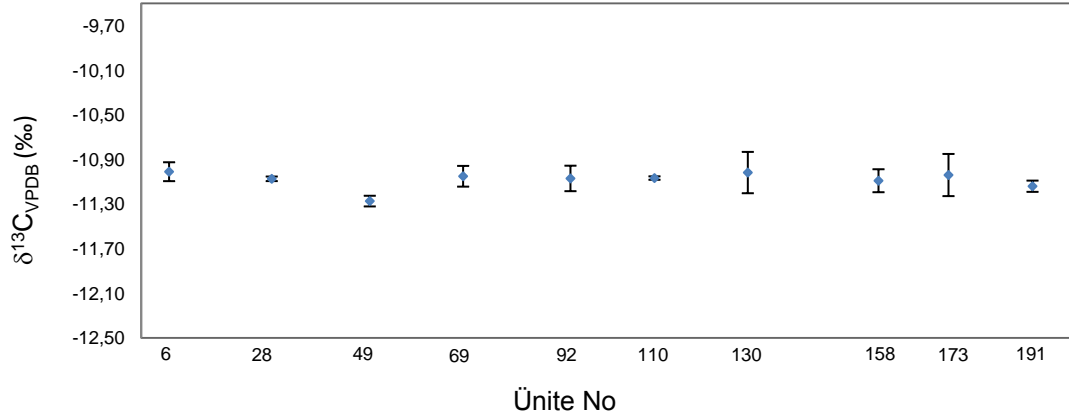
Tablo E5. UME CRM 1313, Bal (şeker katkılı) Homojenlik Verileri

Ünite Numaraları			Analitik Sıralama			Ölçüm Sonuçları, $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)			
No	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3	Tekr. 1	Tekr. 2	Tekr. 3
1	7	7	7	1	12	18	-11,68	-11,54	-11,65
2	28	28	28	21	26	6	-11,55	-11,70	-11,64
3	45	45	45	10	14	24	-11,53	-11,56	-11,55
4	64	64	64	27	2	7	-11,58	-11,68	-11,44
5	85	85	85	13	22	25	-11,64	-11,51	-11,64
6	108	108	108	4	11	17	-11,49	-11,53	-11,55
7	123	123	123	20	30	5	-11,61	-11,72	-11,64
8	151	151	151	9	15	19	-11,50	-11,52	-11,57
9	166	166	166	28	8	3	-11,59	-11,49	-11,50
10	187	187	187	16	23	29	-11,64	-11,63	-11,52

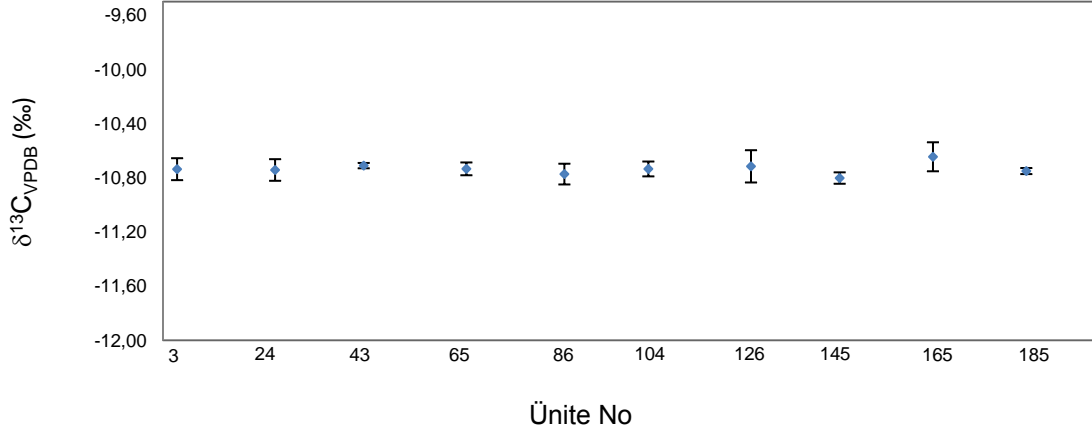
Ek 2. Homojenlik Grafikleri



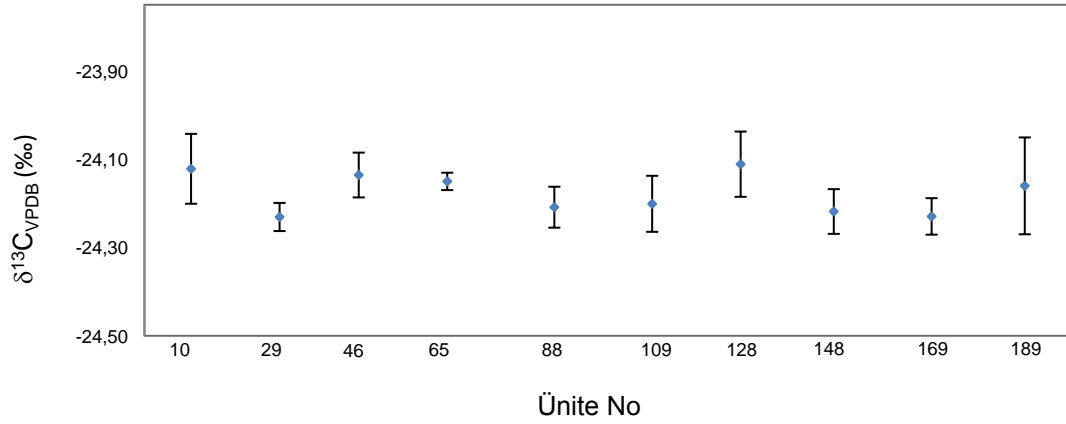
Şekil 1. UME CRM 1309 Sakkaroz, Homojenlik grafiği



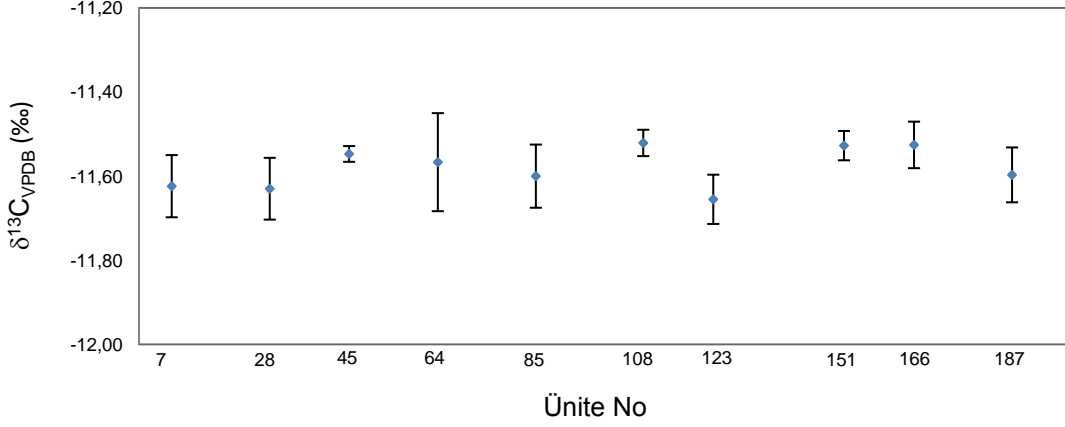
Şekil 2. UME CRM 1310 Glikoz, Homojenlik grafiği



Şekil 3. UME CRM 1311 Fruktöz, Homojenlik grafiği



Şekil 4. UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız), Homojenlik grafiği



Şekil 5. UME CRM 1313, Bal (şeker katkılı) homojenlik grafiği

Ek 3. UME CRM 1309-1313 Kısa Dönem Kararlılık (KDK) Verileri

Tablo E6. UME CRM 1309 Sakkaroz, KDK Verileri (4 °C ve 60 °C)

Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	δ ¹³ C _{VPDB} (‰)	Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	δ ¹³ C _{VPDB} (‰)
52	34-1	0	18	-26,15	52	34-1	0	18	-26,15
54	34-2	0	18	-26,36	54	34-2	0	18	-26,36
51	34-3	0	18	-26,28	51	34-3	0	18	-26,28
49	109-1	0	18	-26,22	49	109-1	0	18	-26,22
50	109-2	0	18	-26,31	50	109-2	0	18	-26,31
53	109-3	0	18	-26,37	53	109-3	0	18	-26,37
4	1-1	1	4	-26,73	28	17-1	1	60	-26,56
11	1-2	1	4	-26,62	35	17-2	1	60	-26,37
17	1-3	1	4	-26,74	41	17-3	1	60	-26,43
9	188-1	1	4	-26,69	33	148-1	1	60	-26,41
16	188-2	1	4	-26,69	40	148-2	1	60	-26,44
23	188-3	1	4	-26,56	47	148-3	1	60	-26,53
12	97-1	2	4	-26,64	36	40-1	2	60	-26,34
13	97-2	2	4	-26,72	37	40-2	2	60	-25,78
20	97-3	2	4	-26,61	44	40-3	2	60	-26,54
3	151-1	2	4	-26,55	27	90-1	2	60	-26,60
7	151-2	2	4	-26,66	31	90-2	2	60	-26,60
14	151-3	2	4	-26,69	38	90-3	2	60	-26,47
8	113-1	3	4	-26,66	32	57-1	3	60	-26,66
1	113-2	3	4	-26,57	25	57-2	3	60	-26,56
10	113-3	3	4	-26,67	34	57-3	3	60	-26,42
18	127-1	3	4	-26,67	42	80-1	3	60	-26,64
22	127-2	3	4	-26,55	46	80-2	3	60	-26,48
19	127-3	3	4	-26,62	43	80-3	3	60	-26,51
21	46-1	4	4	-26,59	45	25-1	4	60	-26,71
15	46-2	4	4	-26,66	39	25-2	4	60	-26,48
2	46-3	4	4	-26,66	26	25-3	4	60	-26,37
24	173-1	4	4	-24,99	48	142-1	4	60	-26,29
6	173-2	4	4	-26,59	30	142-2	4	60	-26,90
5	173-3	4	4	-26,58	29	142-3	4	60	-26,49

Tablo E7. UME CRM 1310 Glikoz, KDK Verileri (4 °C ve 60 °C)

Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)	Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)
51	52-1	0	18	-10,47	51	52-1	0	18	-10,47
49	52-2	0	18	-10,53	49	52-2	0	18	-10,53
53	52-3	0	18	-10,51	53	52-3	0	18	-10,51
54	150-1	0	18	-10,52	54	150-1	0	18	-10,52
50	150-2	0	18	-10,71	50	150-2	0	18	-10,71
52	150-3	0	18	-10,64	52	150-3	0	18	-10,64
4	3-1	1	4	-10,68	28	8-1	1	60	-10,50
11	3-2	1	4	-10,56	35	8-2	1	60	-10,52
17	3-3	1	4	-10,66	41	8-3	1	60	-10,37
9	175-1	1	4	-10,43	33	186-1	1	60	-10,54
16	175-2	1	4	-10,58	40	186-2	1	60	-10,52
23	175-3	1	4	-10,41	47	186-3	1	60	-10,33
21	25-1	2	4	-10,48	45	37-1	2	60	-10,43
15	25-2	2	4	-10,58	39	37-2	2	60	-10,40
2	25-3	2	4	-10,55	26	37-3	2	60	-10,39
24	153-1	2	4	-10,43	48	159-1	2	60	-10,56
6	153-2	2	4	-10,61	30	159-2	2	60	-10,42
5	153-3	2	4	-10,45	29	159-3	2	60	-10,51
12	54-1	3	4	-10,45	36	60-1	3	60	-10,56
13	54-2	3	4	-10,46	37	60-2	3	60	-10,53
20	54-3	3	4	-10,27	44	60-3	3	60	-10,31
3	125-1	3	4	-10,59	27	137-1	3	60	-10,39
7	125-2	3	4	-10,51	31	137-2	3	60	-10,42
14	125-3	3	4	-10,33	38	137-3	3	60	-10,46
8	79-1	4	4	-10,56	32	87-1	4	60	-10,58
1	79-2	4	4	-10,57	25	87-2	4	60	-10,42
10	79-3	4	4	-10,49	34	87-3	4	60	-10,45
18	105-1	4	4	-10,50	42	107-1	4	60	-10,63
22	105-2	4	4	-10,61	46	107-2	4	60	-10,54
19	105-3	4	4	-10,76	43	107-3	4	60	-10,59

Tablo E8. UME CRM 1311 Fruktöz, KDK Verileri (4 °C ve 60 °C)

Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)	Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)
50	34-1	0	18	-10,71	50	34-1	0	18	-10,71
52	34-2	0	18	-10,60	52	34-2	0	18	-10,60
54	34-3	0	18	-10,57	54	34-3	0	18	-10,57
49	163-1	0	18	-10,82	49	163-1	0	18	-10,69
51	163-2	0	18	-10,73	51	163-2	0	18	-10,76
53	163-3	0	18	-11,26	53	163-3	0	18	-10,73
4	6-1	1	4	-10,94	4	2-1	1	60	-10,62
11	6-2	1	4	-10,75	11	2-2	1	60	-10,68
17	6-3	1	4	-10,67	17	2-3	1	60	-10,57
9	181-1	1	4	-10,81	9	180-1	1	60	-10,72
16	181-2	1	4	-10,63	16	180-2	1	60	-10,69
23	181-3	1	4	-10,74	23	180-3	1	60	-10,68
21	36-1	2	4	-10,95	21	26-1	2	60	-10,47
15	36-2	2	4	-10,72	15	26-2	2	60	-10,99
2	36-3	2	4	-11,02	2	26-3	2	60	-10,51
24	158-1	2	4	-10,68	24	150-1	2	60	-10,77
6	158-2	2	4	-10,84	6	150-2	2	60	-10,55
5	158-3	2	4	-10,78	5	150-3	2	60	-10,82
12	61-1	3	4	-10,63	12	50-1	3	60	-11,04
13	61-2	3	4	-10,99	13	50-2	3	60	-10,88
20	61-3	3	4	-10,36	20	50-3	3	60	-10,52
3	131-1	3	4	-10,70	3	128-1	3	60	-10,65
7	131-2	3	4	-10,74	7	128-2	3	60	-10,77
14	131-3	3	4	-10,67	14	128-3	3	60	-10,52
8	84-1	4	4	-10,75	8	76-1	4	60	-10,73
1	84-2	4	4	-10,85	1	76-2	4	60	-10,63
10	84-3	4	4	-10,61	10	76-3	4	60	-12,24
18	106-1	4	4	-10,67	18	101-1	4	60	-10,61
22	106-2	4	4	-10,46	22	101-2	4	60	-10,63
19	106-3	4	4	-10,81	19	101-3	4	60	-10,44

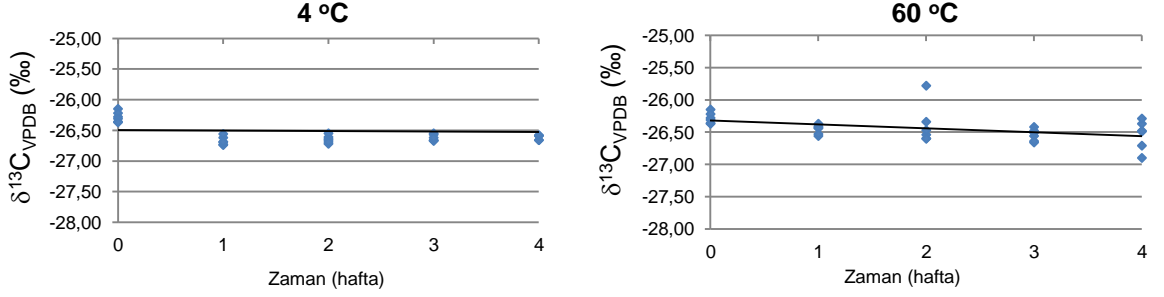
Tablo E9. UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız), KDK Verileri (4 °C ve 60 °C)

Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)	Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)
49	41-1	0	18	-24,06	49	41-1	0	18	-24,06
52	41-2	0	18	-23,87	52	41-2	0	18	-23,87
54	41-3	0	18	-23,87	54	41-3	0	18	-23,87
50	112-1	0	18	-23,78	50	112-1	0	18	-23,78
53	112-2	0	18	-23,92	53	112-2	0	18	-23,92
51	112-3	0	18	-23,98	51	112-3	0	18	-23,98
4	5-1	1	4	-24,05	4	8-1	1	60	-23,93
11	5-2	1	4	-23,96	11	8-2	1	60	-23,89
17	5-3	1	4	-23,87	17	8-3	1	60	-23,85
9	178-1	1	4	-24,21	9	182-1	1	60	-23,87
16	178-2	1	4	-23,85	16	182-2	1	60	-23,80
23	178-3	1	4	-23,94	19	182-3	1	60	-23,92
21	28-1	2	4	-23,88	21	32-1	2	60	-23,86
15	28-2	2	4	-23,84	15	32-2	2	60	-23,89
2	28-3	2	4	-24,09	2	32-3	2	60	-23,97
24	152-1	2	4	-23,78	24	156-1	2	60	-23,89
6	152-2	2	4	-23,94	6	156-2	2	60	-23,82
5	152-3	2	4	-23,97	5	156-3	2	60	-24,02
12	55-1	3	4	-23,98	12	59-1	3	60	-23,92
13	55-2	3	4	-23,87	13	59-2	3	60	-23,81
20	55-3	3	4	-23,94	20	59-3	3	60	-23,78
3	125-1	3	4	-23,89	3	137-1	3	60	-23,92
7	125-2	3	4	-23,96	7	137-2	3	60	-23,87
14	125-3	3	4	-23,84	14	137-3	3	60	-23,82
8	79-1	4	4	-24,03	8	82-1	4	60	-23,85
1	79-2	4	4	-23,80	1	82-2	4	60	-23,85
10	79-3	4	4	-23,85	10	82-3	4	60	-23,85
18	103-1	4	4	-23,80	18	108-1	4	60	-23,89
22	103-2	4	4	-23,98	22	108-2	4	60	-23,75
19	103-3	4	4	-23,92	19	108-3	4	60	-23,88

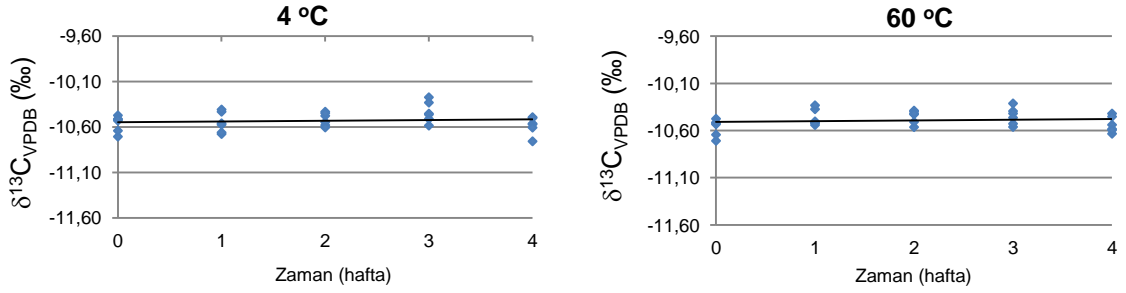
Tablo E10. UME CRM 1313 Bal (Şeker Katkılı), KDK Verileri (4 °C ve 60 °C)

Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)	Enjeksiyon No	Ünite No	Zaman (hafta)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰)
50	6-1	0	18	-11,49	50	6-1	0	18	-11,49
54	6-2	0	18	-11,59	54	6-2	0	18	-11,59
52	6-3	0	18	-11,61	52	6-3	0	18	-11,61
49	149-1	0	18	-11,63	49	149-1	0	18	-11,63
53	149-2	0	18	-11,54	53	149-2	0	18	-11,54
51	149-3	0	18	-11,60	51	149-3	0	18	-11,60
4	10-1	1	4	-11,70	4	4-1	1	60	-11,50
11	10-2	1	4	-11,51	11	4-2	1	60	-11,60
17	10-3	1	4	-11,72	17	4-3	1	60	-11,57
9	183-1	1	4	-11,48	9	177-1	1	60	-11,55
16	183-2	1	4	-11,65	16	177-2	1	60	-11,59
23	183-3	1	4	-11,56	23	177-3	1	60	-11,56
21	36-1	2	4	-11,55	21	26-1	2	60	-11,66
15	36-2	2	4	-11,41	15	26-2	2	60	-11,68
2	36-3	2	4	-11,48	2	26-3	2	60	-11,59
24	160-1	2	4	-11,71	24	154-1	2	60	-11,51
6	160-2	2	4	-11,71	6	154-2	2	60	-11,51
5	160-3	2	4	-11,46	5	154-3	2	60	-11,54
12	60-1	3	4	-11,63	12	54-1	3	60	-11,51
13	60-2	3	4	-11,47	13	54-2	3	60	-11,54
20	60-3	3	4	-11,51	20	54-3	3	60	-11,37
3	137-1	3	4	-11,57	3	125-1	3	60	-11,41
7	137-2	3	4	-11,47	7	125-2	3	60	-11,53
14	137-3	3	4	-11,56	14	125-3	3	60	-11,54
8	81-1	4	4	-11,46	8	76-1	4	60	-11,51
1	81-2	4	4	-11,43	1	76-2	4	60	-11,57
10	81-3	4	4	-11,56	10	76-3	4	60	-11,57
18	107-1	4	4	-11,48	18	102-1	4	60	-11,59
22	107-2	4	4	-11,48	22	102-2	4	60	-11,43
19	107-3	4	4	-11,63	19	102-3	4	60	-11,69

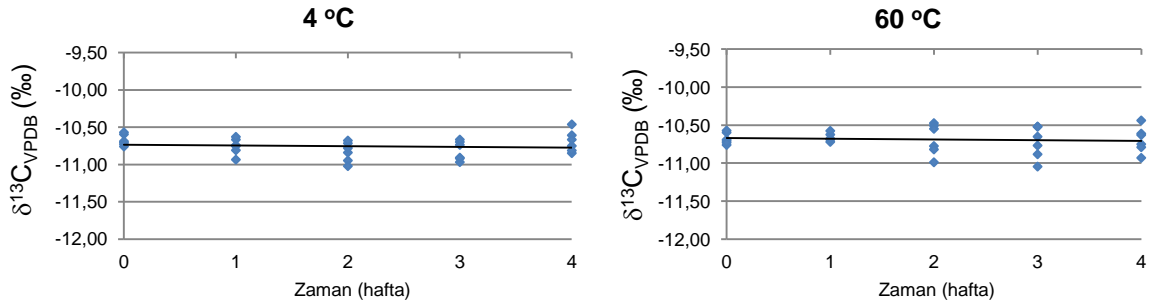
Ek 4. UME CRM 1309-1313 Kısa Dönem Kararlılık (KDK) Grafikleri (4 °C ve 60 °C)



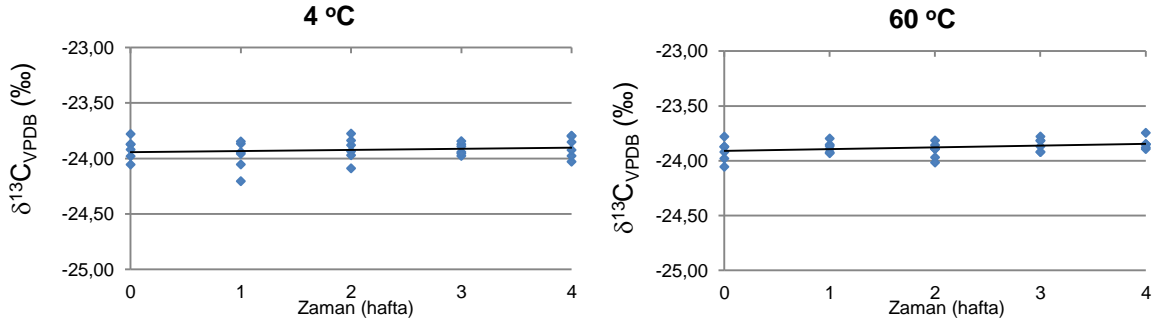
Şekil 6. UME CRM 1309 Sakkaroz Kısa Dönem Kararlılık Grafikleri



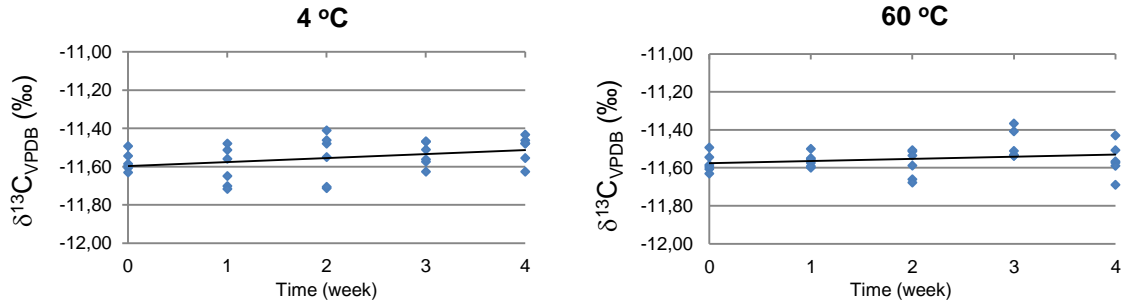
Şekil 7. UME CRM 1310 Glikoz Kısa Dönem Kararlılık Grafikleri



Şekil 8. UME CRM 1311 Fruktoz Kısa Dönem Kararlılık Grafikleri



Şekil 9. UME CRM 1312 Bal (şeker katkısız) Kısa Dönem Kararlılık Grafikleri



Şekil 10. UME CRM 1313 Bal (şeker katkılı) Kısa Dönem Kararlılık Grafikleri

Ek 5. UME CRM 1309-1313 Uzun Dönem Kararlılık Verileri (UDK)

Tablo E11. UME CRM 1309-1310 Uzun Dönem Kararlılık Verileri

UME CRM 1309 Sakkaroz					UME CRM 1310 Glikoz				
Enjeks. No	Ünite No	Zaman (ay)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}} \text{‰}$	Enjeks. No	Ünite No	Zaman (ay)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}} \text{‰}$
82	34-1	0	18	-26.84	76	52-1	0	18	-10.94
84	34-2	0	18	-26.91	78	52-2	0	18	-11.24
86	34-3	0	18	-26.86	74	52-3	0	18	-10.96
88	109-1	0	18	-26.91	75	150-1	0	18	-11.03
83	109-2	0	18	-26.94	73	150-2	0	18	-11.02
85	109-3	0	18	-26.90	77	150-3	0	18	-11.06
1	3-1	1	25	-26.85	1	1-1	1	25	-11.02
25	3-2	1	25	-26.87	25	1-2	1	25	-11.06
49	3-3	1	25	-26.88	49	1-3	1	25	-11.02
37	195-1	1	25	-26.87	37	195-1	1	25	-10.98
13	195-2	1	25	-26.86	13	195-2	1	25	-11.02
61	195-3	1	25	-26.85	61	195-3	1	25	-11.02
2	20-1	2	25	-26.79	2	11-1	2	25	-11.00
26	20-2	2	25	-26.86	26	11-2	2	25	-11.18
50	20-3	2	25	-26.87	50	11-3	2	25	-11.01
38	178-1	2	25	-26.82	38	185-1	2	25	-11.07
14	178-2	2	25	-26.92	14	185-2	2	25	-10.99
62	178-3	2	25	-26.84	62	185-3	2	25	-10.98
3	25-1	3	25	-26.69	3	18-1	3	25	-11.02
27	35-2	3	25	-26.65	27	18-2	3	25	-11.00
51	35-3	3	25	-26.94	51	18-3	3	25	-11.03
39	158-1	3	25	-26.75	39	177-1	3	25	-11.01
15	158-2	3	25	-26.87	15	177-2	3	25	-11.07
63	158-3	3	25	-26.77	63	177-3	3	25	-11.07
4	51-1	4	25	-26.86	4	27-1	4	25	-11.02
28	51-2	4	25	-26.88	28	27-2	4	25	-10.99
52	51-3	4	25	-26.94	52	27-3	4	25	-10.97
40	145-1	4	25	-26.87	40	170-1	4	25	-11.04
16	145-2	4	25	-26.85	16	170-2	4	25	-11.03
64	145-3	4	25	-26.85	64	170-3	4	25	-11.07
5	68-1	5	25	-26.80	5	33-1	5	25	-10.98
29	68-2	5	25	-26.89	29	33-2	5	25	-11.00
53	68-3	5	25	-26.90	53	33-3	5	25	-11.01
41	125-1	5	25	-26.84	41	160-1	5	25	-11.01
17	125-2	5	25	-26.92	17	160-2	5	25	-11.00
65	125-3	5	25	-26.86	65	160-3	5	25	-10.96
6	85-1	6	25	-26.83	6	44-1	6	25	-10.93
30	85-2	6	25	-26.97	30	44-2	6	25	-10.98
54	85-3	6	25	-26.81	54	44-3	6	25	-10.97
42	108-1	6	25	-26.95	42	152-1	6	25	-10.97
18	108-2	6	25	-26.91	18	152-2	6	25	-10.92
66	108-3	6	25	-26.62	66	152-3	6	25	-10.97
7	92-1	7	25	-26.78	7	51-1	7	25	-10.97
31	92-2	7	25	-26.86	31	51-2	7	25	-11.02
55	92-3	7	25	-26.88	55	51-3	7	25	-11.01
43	102-1	7	25	-26.81	43	145-1	7	25	-11.01
19	102-2	7	25	-26.88	19	145-2	7	25	-11.00
67	102-3	7	25	-26.83	67	145-3	7	25	-10.99
8	76-1	8	25	-26.87	8	59-1	8	25	-11.05
32	76-2	8	25	-26.95	32	59-2	8	25	-11.02
56	76-3	8	25	-26.85	56	59-3	8	25	-11.03
44	120-1	8	25	-26.84	44	136-1	8	25	-11.00
20	120-2	8	25	-26.90	20	136-2	8	25	-10.96
68	120-3	8	25	-26.87	68	136-3	8	25	-11.01
9	60-1	9	25	-26.94	9	68-1	9	25	-11.04
33	60-2	9	25	-26.82	33	68-2	9	25	-10.99
57	60-3	9	25	-26.85	57	68-3	9	25	-10.97
45	134-1	9	25	-26.86	45	128-1	9	25	-10.95
21	134-2	9	25	-26.85	21	128-2	9	25	-10.95
69	134-3	9	25	-26.86	69	128-3	9	25	-10.84
10	43-1	10	25	-26.83	10	76-1	10	25	-10.98
34	43-2	10	25	-26.87	34	76-2	10	25	-11.01
58	43-3	10	25	-26.94	58	76-3	10	25	-11.02
46	152-1	10	25	-26.92	46	119-1	10	25	-10.96
22	152-2	10	25	-26.80	22	119-2	10	25	-10.98
70	152-3	10	25	-26.82	70	119-3	10	25	-11.00
11	26-1	11	25	-26.84	11	83-1	11	25	-11.03
35	26-2	11	25	-26.88	35	83-2	11	25	-10.99
59	26-3	11	25	-26.89	59	83-3	11	25	-10.98
47	170-1	11	25	-26.89	47	111-1	11	25	-11.16
23	170-2	11	25	-26.84	23	111-2	11	25	-10.96
71	170-3	11	25	-26.85	71	111-3	11	25	-11.06
12	11-1	12	25	-26.83	12	93-1	12	25	-10.95
36	11-2	12	25	-26.83	36	93-2	12	25	-11.01
60	11-3	12	25	-26.88	60	93-3	12	25	-10.98
48	187-1	12	25	-26.92	48	102-1	12	25	-11.00
24	187-2	12	25	-26.87	24	102-2	12	25	-10.95
72	187-3	12	25	-26.81	72	52-1	0	18	-10.94

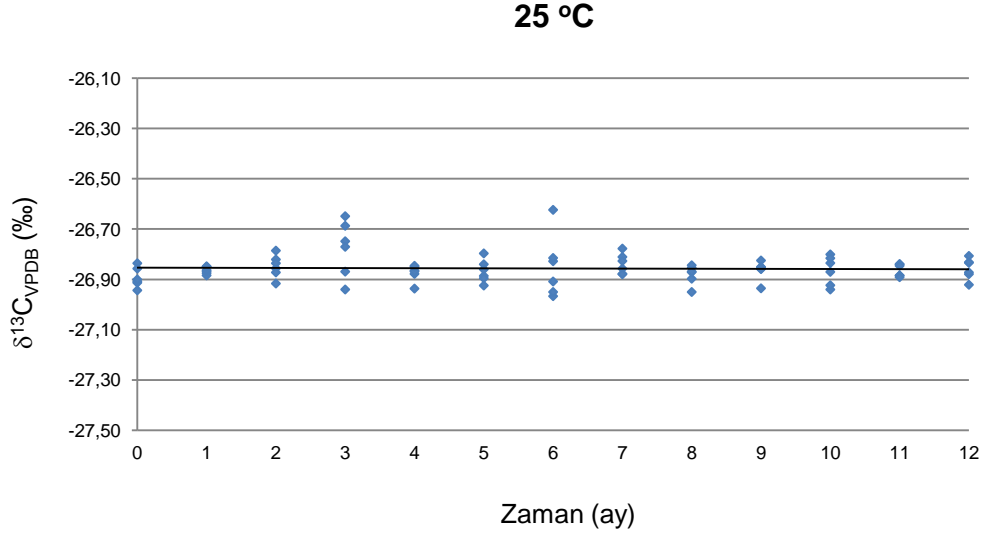
Tablo E12. UME CRM 1311-1312 Uzun Dönem Kararlılık Verileri

UME CRM 1311 Fruktoz					UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısı)				
Enjeks. No	Ünite No	Zaman (ay)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ ‰	Enjeks. No	Ünite No	Zaman (ay)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ ‰
73	34-1	0	18	-10,86	73	41-1	0	18	-24,17
78	34-2	0	18	-10,70	76	41-2	0	18	-24,14
75	34-3	0	18	-10,65	78	41-3	0	18	-24,09
76	163-1	0	18	-10,77	75	112-1	0	18	-24,16
74	163-2	0	18	-10,79	77	112-2	0	18	-24,10
77	163-3	0	18	-10,79	74	112-3	0	18	-24,16
1	1-1	1	25	-10,76	1	3-1	1	25	-23,95
25	1-2	1	25	-10,90	25	3-2	1	25	-24,14
49	1-3	1	25	-10,84	49	3-3	1	25	-24,00
37	192-1	1	25	-10,69	13	192-1	1	25	-24,15
13	192-2	1	25	-10,86	37	192-2	1	25	-24,30
61	192-3	1	25	-10,85	61	192-3	1	25	-24,10
2	9-1	2	25	-10,93	26	9-1	2	25	-24,09
26	9-2	2	25	-10,94	2	9-2	2	25	-24,02
50	9-3	2	25	-10,86	50	9-3	2	25	-24,06
38	187-1	2	25	-10,85	38	183-1	2	25	-24,14
14	187-2	2	25	-10,87	14	183-2	2	25	-24,12
62	187-3	2	25	-10,72	62	183-3	2	25	-24,17
3	17-1	3	25	-10,89	3	17-1	3	25	-24,00
27	17-2	3	25	-10,87	27	17-2	3	25	-24,09
51	17-3	3	25	-10,90	51	17-3	3	25	-24,05
39	178-1	3	25	-10,78	15	175-1	3	25	-24,10
15	178-2	3	25	-10,84	39	175-2	3	25	-24,11
63	178-3	3	25	-10,82	63	175-3	3	25	-24,09
4	28-1	4	25	-10,71	28	26-1	4	25	-24,03
28	28-2	4	25	-10,94	4	26-2	4	25	-23,87
52	28-3	4	25	-10,85	52	26-3	4	25	-23,91
40	168-1	4	25	-10,84	40	167-1	4	25	-24,12
16	168-2	4	25	-10,86	16	167-2	4	25	-24,09
64	168-3	4	25	-10,86	64	167-3	4	25	-24,13
5	35-1	5	25	-10,78	5	37-1	5	25	-23,93
29	35-2	5	25	-10,78	29	37-2	5	25	-24,19
53	35-3	5	25	-10,81	53	37-3	5	25	-24,05
41	159-1	5	25	-10,93	17	161-1	5	25	-24,09
17	159-2	5	25	-10,88	41	161-2	5	25	-24,17
65	159-3	5	25	-10,88	65	161-3	5	25	-24,10
6	45-1	6	25	-10,90	30	44-1	6	25	-24,09
30	45-2	6	25	-10,78	6	44-2	6	25	-24,09
54	45-3	6	25	-10,69	54	44-3	6	25	-24,12
42	151-1	6	25	-10,84	42	151-1	6	25	-24,10
18	151-2	6	25	-10,94	18	151-2	6	25	-24,12
66	151-3	6	25	-10,77	66	151-3	6	25	-24,12
7	53-1	7	25	-10,80	7	53-1	7	25	-24,07
31	53-2	7	25	-10,78	31	53-2	7	25	-24,08
55	53-3	7	25	-10,87	55	53-3	7	25	-24,08
43	143-1	7	25	-10,82	19	144-1	7	25	-24,13
19	143-2	7	25	-10,82	43	144-2	7	25	-24,12
67	143-3	7	25	-10,78	67	144-3	7	25	-24,12
8	58-1	8	25	-10,81	32	58-1	8	25	-24,09
32	58-2	8	25	-10,85	8	58-2	8	25	-24,05
56	58-3	8	25	-10,91	56	58-3	8	25	-24,07
44	133-1	8	25	-10,72	44	134-1	8	25	-24,11
20	133-2	8	25	-10,79	20	134-2	8	25	-24,09
68	133-3	8	25	-10,85	68	134-3	8	25	-24,17
9	69-1	9	25	-10,82	9	67-1	9	25	-24,17
33	69-2	9	25	-10,82	33	67-2	9	25	-24,07
57	69-3	9	25	-10,85	57	67-3	9	25	-24,14
45	125-1	9	25	-10,89	21	126-1	9	25	-24,13
21	125-2	9	25	-10,80	45	126-2	9	25	-24,13
69	125-3	9	25	-10,79	69	126-3	9	25	-24,10
10	77-1	10	25	-10,69	34	76-1	10	25	-24,15
34	77-2	10	25	-10,85	10	76-2	10	25	-24,07
58	77-3	10	25	-10,83	58	76-3	10	25	-24,13
46	118-1	10	25	-10,94	46	120-1	10	25	-24,13
22	118-2	10	25	-10,80	22	120-2	10	25	-24,28
70	118-3	10	25	-10,81	70	120-3	10	25	-24,02
11	85-1	11	25	-10,84	11	86-1	11	25	-24,12
35	85-2	11	25	-10,87	35	86-2	11	25	-24,16
59	85-3	11	25	-10,78	59	86-3	11	25	-24,13
47	112-1	11	25	-10,79	23	111-1	11	25	-24,09
23	112-2	11	25	-10,74	47	111-2	11	25	-24,10
71	112-3	11	25	-10,90	71	111-3	11	25	-24,10
12	92-1	12	25	-10,80	36	95-1	12	25	-24,04
36	92-2	12	25	-10,62	12	95-2	12	25	-24,10
60	92-3	12	25	-10,79	60	95-3	12	25	-24,16
48	100-1	12	25	-10,83	48	102-1	12	25	-24,09
24	100-2	12	25	-10,83	24	102-2	12	25	-24,22
72	100-3	12	25	-10,85	72	102-3	12	25	-24,11

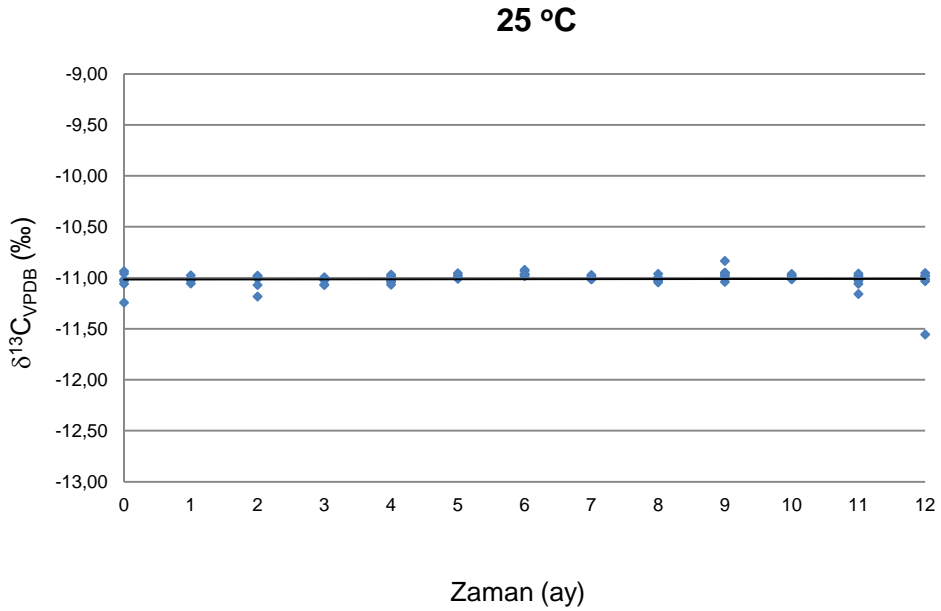
Tablo E13. UME CRM 1313 Uzun Dönem Kararlılık Verileri

UME CRM 1313 Bal (Şeker Katkılı)				
Enjeks. No	Ünite No	Zaman (ay)	Sıcaklık (°C)	$\delta^{13}C_{VPDB}$ ‰
73	6-1	0	18	-11,52
77	6-2	0	18	-11,58
75	6-3	0	18	-11,60
76	149-1	0	18	-11,60
74	149-2	0	18	-11,75
78	149-3	0	18	-11,49
1	3-1	1	25	-11,62
25	3-2	1	25	-11,59
49	3-3	1	25	-11,65
13	193-1	1	25	-11,59
37	193-2	1	25	-11,55
61	193-3	1	25	-11,67
50	11-1	2	25	-11,45
2	11-2	2	25	-11,52
26	11-3	2	25	-11,49
62	186-1	2	25	-11,61
14	186-2	2	25	-11,58
38	186-3	2	25	-11,53
27	18-1	3	25	-11,54
51	18-2	3	25	-11,70
3	18-3	3	25	-11,32
39	175-1	3	25	-11,52
63	175-2	3	25	-11,57
15	175-3	3	25	-11,47
4	27-1	4	25	-11,22
28	27-2	4	25	-11,48
52	27-3	4	25	-11,49
16	167-1	4	25	-11,52
40	167-2	4	25	-11,62
64	167-3	4	25	-11,59
53	34-1	5	25	-11,40
5	34-2	5	25	-11,82
29	34-3	5	25	-11,54
65	161-1	5	25	-11,47
17	161-2	5	25	-11,51
41	161-3	5	25	-11,52
30	43-1	6	25	-11,75
54	43-2	6	25	-11,54
6	43-3	6	25	-11,27
42	153-1	6	25	-11,54
66	153-2	6	25	-11,56
18	153-3	6	25	-11,53
7	51-1	7	25	-11,44
31	51-2	7	25	-11,55
55	51-3	7	25	-11,58
19	143-1	7	25	-11,77
43	143-2	7	25	-11,63
67	143-3	7	25	-11,59
56	62-1	8	25	-11,41
8	62-2	8	25	-11,59
32	62-3	8	25	-11,63
68	133-1	8	25	-11,54
20	133-2	8	25	-11,51
44	133-3	8	25	-11,50
33	67-1	9	25	-11,57
57	67-2	9	25	-11,46
9	67-3	9	25	-11,50
45	127-1	9	25	-11,61
69	127-2	9	25	-11,57
21	127-3	9	25	-11,51
10	75-1	10	25	-11,49
34	75-2	10	25	-11,43
58	75-3	10	25	-11,73
22	118-1	10	25	-11,48
46	118-2	10	25	-11,54
70	118-3	10	25	-11,63
59	86-1	11	25	-11,57
11	86-2	11	25	-11,51
35	86-3	11	25	-11,61
71	110-1	11	25	-11,80
23	110-2	11	25	-11,56
47	110-3	11	25	-11,80
36	92-1	12	25	-11,88
60	92-2	12	25	-11,55
12	92-3	12	25	-11,53
48	100-1	12	25	-11,51
72	100-2	12	25	-11,58
24	100-3	12	25	-11,50

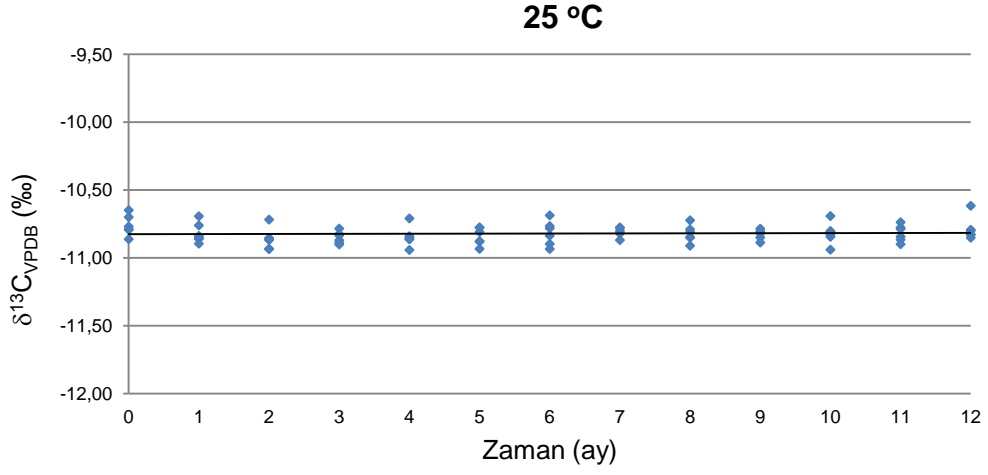
Ek 6. UME CRM 1309-1313 Uzun Dönem Kararlılık (UDK) Grafikleri



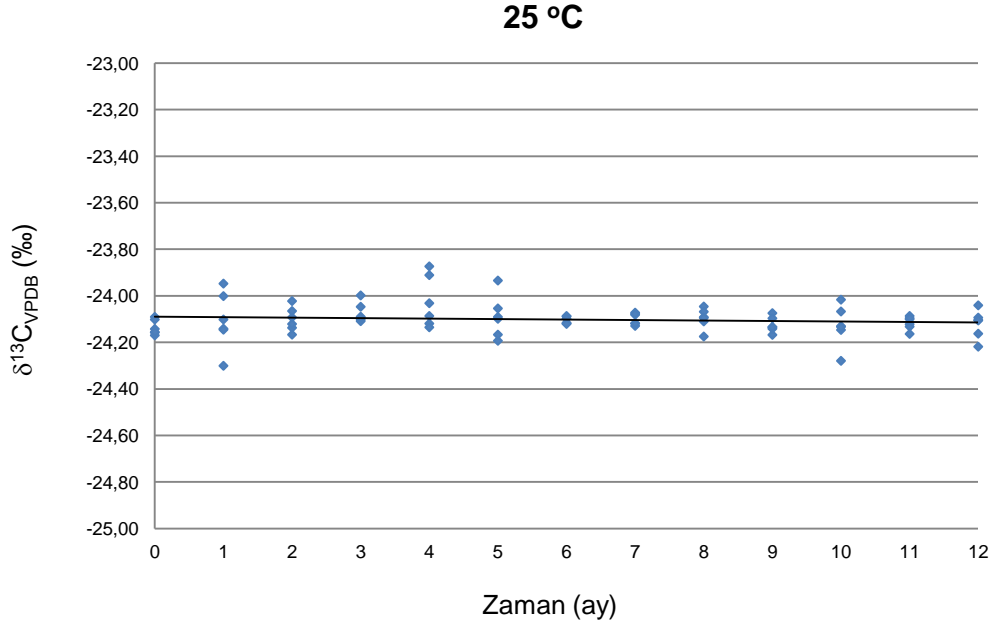
Şekil 11. UME CRM 1309 Sakkaroz Uzun Dönem Kararlılık Grafiği



Şekil 12. UME CRM 1310 Glikoz Uzun Dönem Kararlılık Grafiği

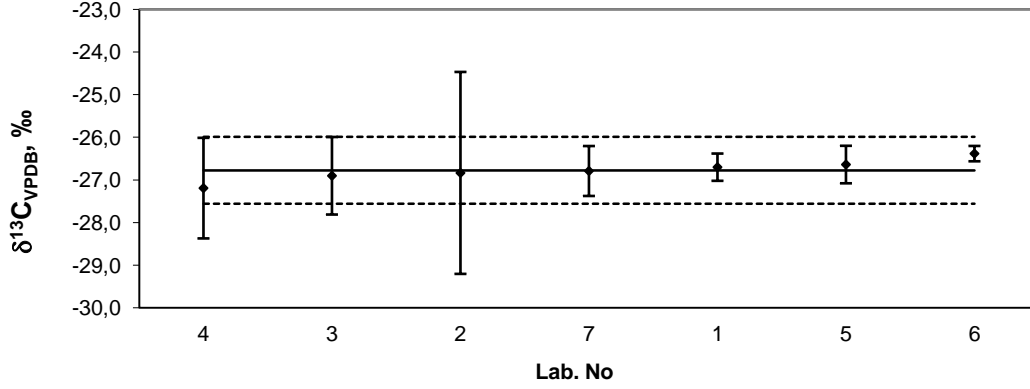


Şekil 13. UME CRM 1311 Fruktöz Uzun Dönem Kararlılık Grafiği

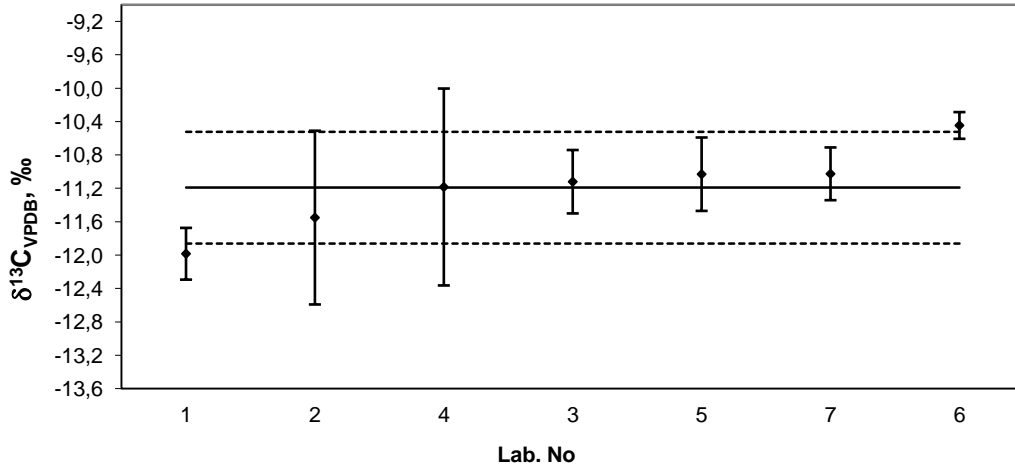


Şekil 14. UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız) Uzun Dönem Kararlılık Grafiği

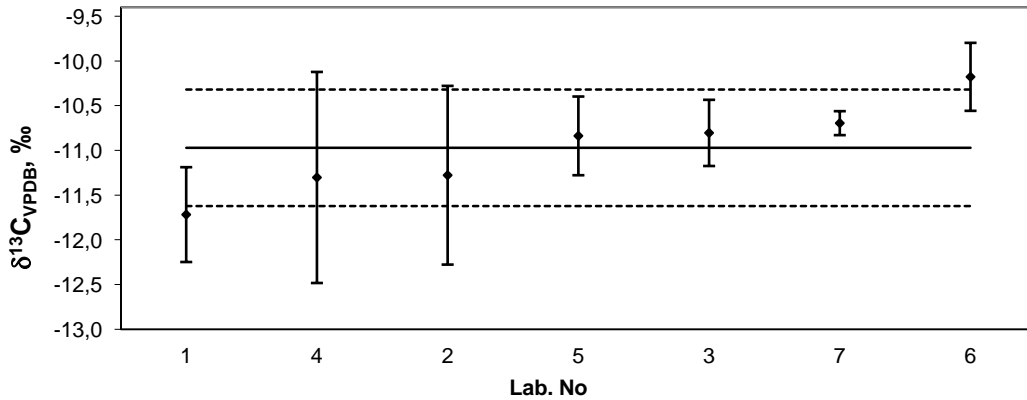
Ek 8. UME CRM 1309-1313 Karakterizasyon Grafikleri



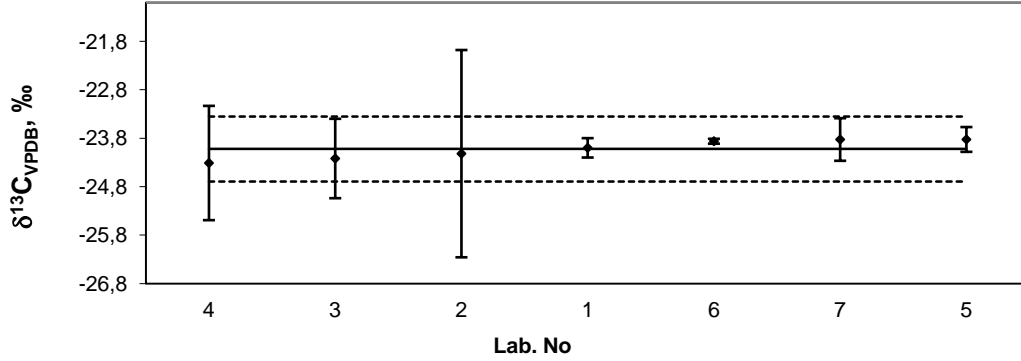
Şekil 16. UME CRM 1309 Sakkaroz Karakterizasyon Grafiği



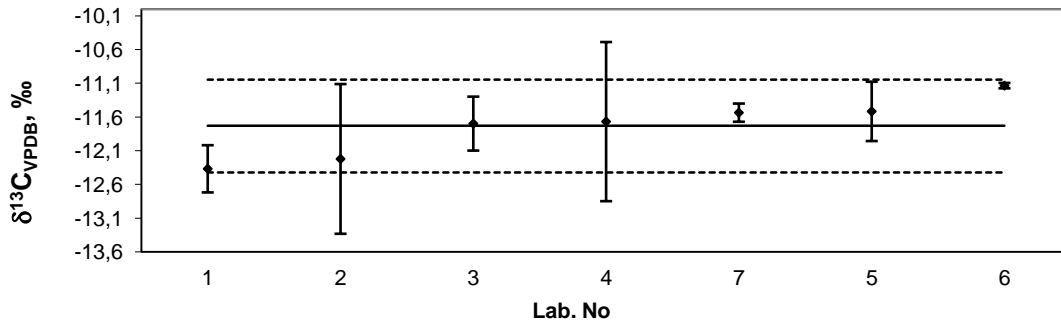
Şekil 17. UME CRM 1310 Glikoz Karakterizasyon Grafiği



Şekil 18. UME CRM 1311 Fruktoz Karakterizasyon Grafiği

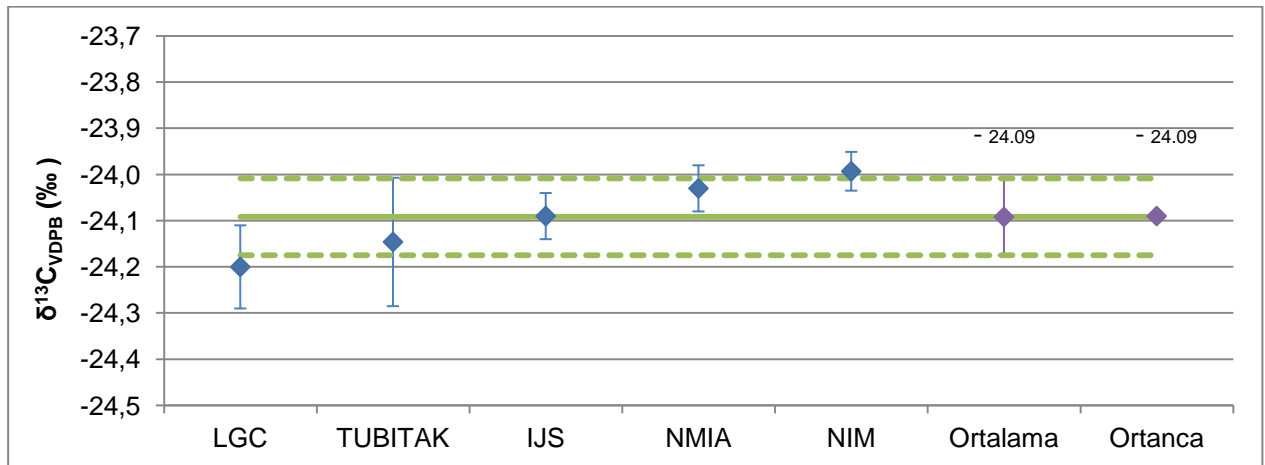


Şekil 19. UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız) Karakterizasyon Grafiği



Şekil 20. UME CRM 1313 Bal (Şeker Katkılı) Karakterizasyon Grafiği

Ek 9. CCQM K-140 UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız) İçin Ulusal Metroloji Enstitülerinin Uluslararası Karşılaştırma Sonuçları



Şekil 21. UME CRM 1312 Bal (Şeker Katkısız) Uluslararası Karşılaştırma Grafiği