

Zeytinyağı
UME CRM 1335

Seda Damla ÇAKMAR^a
Gökhan AKTAŞ^a

Güler ÇELİK^b
Sibel TAŞKESEN^b

Kevser TOPAL^a

^aTÜBİTAK UME, ^bTÜBİTAK BUTAL

Tarih
22.06.2026



Doç. Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ
Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER	2
KISALTMALAR	3
ÖZET	4
GİRİŞ	5
KATILIMCILAR	5
KARARLILIK	11
KARAKTERİZASYON	14
ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI	17
BİLGİLENDİRME AMAÇLI DEĞERLER	19
METROLOJİK İZLENEBİLİRLİK	19
KULLANIM TALİMATI	19
TEŞEKKÜR	21
REFERANSLAR	21
REVİZYON TARİHÇESİ	21
EK 1. Homojenlik Çalışmasına ait Grafikler	22
EK 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışmasına ait Grafikler	30
EK 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışmasına ait Grafikler	38
EK 4. Karakterizasyon Çalışması Verileri	46
EK 5. Karakterizasyon Çalışmasına ait Grafikler	50

KISALTMALAR

ANOVA	Varyans analizi
α	Önem derecesi
GUM	Ölçüm Belirsizliğinin Hesaplanması Klavuzu
ISO	Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu
$MS_{between}$	Üniteler arası kareler ortalaması
MS_{within}	Ünite içi kareler ortalaması
n	Ünite içi tekrar sayısı
RSD	Bağıl standart sapma
s	Standart sapma
S_{bb}	Üniteler arası standart sapma
SI	Uluslararası Birimler Sistemi
SRM	Sertifikalı Referans Malzeme
TBHQ	Tersiyer Bütilhidrokinon
U_{bb}	Olası üniteler arası heterojenliğe bağlı standart belirsizlik
U^*_{bb}	Metot tekrarlanabilirliğince gizlenmiş heterojenliğin standart belirsizliği
U_{char}	Karakterizasyona bağlı standart belirsizlik
$U_{char,rel}$	Karakterizasyona bağlı bağıl standart belirsizlik
UDK	Uzun dönem kararlılık
U_{Its}	Uzun dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$U_{Its,rel}$	Uzun dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
U_{sts}	Kısa dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$U_{sts,rel}$	Kısa dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
$V_{MS_{within}}$	MS_{within} serbestlik derecesi

Sayfa 4 / 57	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 1335
--------------	---	-------------------------------

ÖZET

Bu rapor, zeytinyağında bulunan yağ asitleri değerlerinin sertifikalandırıldığı, kırılma indisi, toplam fenol ve yoğunluk değerlerinin bilgilendirme amaçlı değerler olarak atandığı UME CRM 1335 sertifikalı referans malzemesinin üretim sürecini içermektedir. Bu süreç malzeme işleme, homojenlik, kısa ve uzun dönem kararlılık, karakterizasyon ve değer atanması aşamalarından oluşmaktadır. Çalışmalar ISO 17034 [1] ve ISO 33405 [2] dokümanlarına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

TÜBİTAK UME bu projenin veri değerlendirmesi dahil tüm aşamalarını koordine etmiştir. Referans malzeme aday ham maddesinin temini, malzemenin ön ölçümleri, homojenlik, kararlılık testi ölçümleri TÜBİTAK BUTAL tarafından ve malzemenin işlenmesi TÜBİTAK UME tarafından gerçekleştirilmiştir. Referans malzemenin karakterizasyon ölçümlerinde TÜBİTAK BUTAL ile birlikte Türkiye'de faaliyet gösteren toplam on yedi akredite (TS EN ISO/IEC 17025) laboratuvar görev almıştır.

UME CRM 1335 referans malzemesinin zeytinyağı yağ asidi kompozisyonu analizlerinde yağ asidi tayini metotlarının doğrulanmasında ve bu alandaki faaliyetlerin kalite kontrolünün sağlanmasında kullanılması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Zeytinyağı, dünya üzerinde ülkemizin de yer aldığı Akdeniz kuşağına özgü zeytin ağacının meyvesinden fiziksel yöntemlerle üretilen doğal bir yağdır. Natürel zeytinyağı; diğer yemeklik bitkisel yağlara kıyasla yüksek düzeyde tekli doymamış yağ asitleri içermesi, antioksidan özellik gösteren vitaminler ve zengin fenolik bileşenlere sahip olması ile öne çıkmaktadır. Bunun yanı sıra kendine özgü uçucu bileşenlerden kaynaklanan karakteristik lezzet profili, zeytinyağını hem beslenme hem de ekonomik açıdan değerli kılmaktadır.

Akdeniz ülkelerinde kalp ve damar hastalıklarının daha düşük oranda görülmesi, büyük ölçüde zeytinyağı tüketimi ile ilişkilendirilmektedir. Ayrıca yüksek gelir seviyesine sahip ülkelerde sağlığa faydalı ürünlere yönelik talebin artması, küresel ölçekte zeytinyağı tüketiminin yükselmesine katkı sağlamıştır.

Ürün kalitesinin korunması dolayısıyla natürel zeytinyağlarının tüketiciye doğru şekilde sunulması büyük önem taşımaktadır. Bu bağlamda, tüketicinin doğru ürünü satın alabilmesi için kalite parametrelerinin güvenilir biçimde analiz edilmesi gerekmektedir.

T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından 17.09.2017 tarihinde yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği [3] kapsamında yer alan kalite parametrelerinden biri olan yağ asidi kompozisyonunun uygunluğunun değerlendirilmesi için ülkemizde ihtiyaç duyulan yağ asidi Sertifikalı Referans Malzemesi (SRM) hazırlanması büyük önem arz etmektedir. Örnek matrisi ile uyumlu SRM'lerin kullanımı, laboratuvarlar açısından vazgeçilmezdir. Bu çalışmada, zeytinyağında bulunan yağ asidi metil esterlerinin sertifikalandırılması amacıyla gerekli tüm parametreler titizlikle ele alınmıştır. Sertifikalı referans malzemeler, analitik metotların geçerliliğinin sağlanması, doğrulanması ve ölçüm sonuçlarının doğruluğu, güvenilirliği ve izlenebilirliğinin temin edilmesinde önemli bir rol üstlenmektedir. Sertifikalandırma işlemi ISO 17034 [1] ve ISO 33405 [2] dokümanları gereklilikleri yerine getirilerek gerçekleştirilmiştir.

TÜBİTAK UME ve TÜBİTAK BUTAL tarafından ortak üretilmiş olan UME CRM 1335 Zeytinyağı Sertifikalı Referans Malzemesi'nin, kalite güvence ve kalite kontrol aracı olarak özellikle gıda laboratuvarları tarafından kullanılması hedeflenmiştir.

KATILIMCILAR

Sertifikalı referans malzeme üretimi için malzeme işleme, homojenlik, kararlılık ve karakterizasyon çalışmaları ile proje yönetimi ve veri değerlendirme faaliyetlerinde yer alan kuruluşlara ait bilgiler Tablo 1'de verilmektedir.

Tablo 1. Üretim ve Sertifikalandırma Süreçlerine Katkı Sağlayan Kuruluşlar

İş Tanımı	Laboratuvar/Kurum
Proje Yönetimi, Malzeme İşleme ve Veri Değerlendirme	TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Gebze, Kocaeli, Türkiye (TS EN ISO 17034, TÜRKAK AB-0001-RM)
Ön Ölçümler Homojenlik Çalışması Kararlılık Çalışmaları	TÜBİTAK Bursa Test ve Analiz Laboratuvarı Müdürlüğü (BUTAL) Osmangazi, Bursa, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0494-T)
	Ayşenur ve Turan Gıda Kontrol Laboratuvarı Anonim Şirketi Bayrampaşa, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0509-T)
	AYTB Aydın Laboratuvar Hizmetleri Kimyasal Maddeler ile Laboratuvar Malzemeleri Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi Efeler, Aydın, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0033-T)
	T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı Gıda ve Yem Kontrol Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü Osmangazi, Bursa, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0030-T)
	TÜBİTAK Bursa Test ve Analiz Laboratuvarı Müdürlüğü (BUTAL) Osmangazi, Bursa, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0494-T)
	T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı Çanakkale Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü Çanakkale, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0283-T)
Karakterizasyon Çalışması (Alfabetik Sıra)	Gaziantep Ticaret Borsası Laboratuvar ve Depoculuk Anonim Şirketi Şehitkamil, Gaziantep, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0078-T)
	GDA Laboratuvar Hizmetleri Gıda Kimya Çevre Eğitim Danışmanlık Sanayi ve Ticaret Limited Şirketi Maltepe, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0679-T)
	Isparta Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü Isparta, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0228-T)
	T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı İstanbul Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü Bakırköy, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0026-T)
	Kalite Sistem Laboratuvarları A.Ş. Kalite Sistem Özel Gıda Kontrol Laboratuvarı Ataşehir, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0125-T)

İş Tanımı	Laboratuvar/Kurum
Karakterizasyon Çalışması (Alfabetik Sıra)	LTS Laboratuvar Hizmetleri Gıda Kimya Çevre Eğitim ve Danışmanlık Sanayi ve Ticaret Limited Şirketi Kartal, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0351-T)
	Nanolab Laboratuvar Hizmetleri Kimya Gıda Danışmanlık Çevre Eğitim San. ve Tic. Şti. Edirne Şubesi Edirne, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-1620-T)
	Oxigen Analiz Laboratuvar Hizmetleri Ticaret Anonim Şirketi Büyükkçekmece, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0953-T)
	Radix Analiz Laboratuvar Hizmetleri Ticaret Anonim Şirketi Bahçelievler, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-1009-T)
	T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı Trabzon Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü Ortahisar, Trabzon, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0070-T)
	TSE Deney ve Kalibrasyon Merkezi Başkanlığı Gebze Deney Laboratuvarları Gebze, Kocaeli, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0001-T)
	Uzman Kalite Eğitim Danışmanlık ve Laboratuvar Hizmetleri Limited Şirketi Beşiktaş, İstanbul, Türkiye (TS EN ISO/IEC 17025, TÜRKAK AB-0366-T)

MALZEME İŞLEME

Referans malzeme hammaddesi olarak kullanılan zeytinyağı, Manisa ili Akhisar bölgesinde faaliyet gösteren bir üreticiden temin edilen erken hasat, soğuk sıkım natürel zeytinyağıdır. 2 L saf zeytinyağı malzeme işleme sürecine başlanıncaya kadar kuru ve serin bir yerde kapağı kapalı olarak muhafaza edilmiştir. Dolum öncesi zeytinyağı kaba filtre kağıdından süzülerek içerisine 200 mg/L derişimde antioksidan koruyucu bir madde olan TBHQ konulmuştur. Yaklaşık 1 saat çalkalıyıcıda (Innova 2100, USA) homojenleştirme işlemi yapıldıktan sonra 8 saat süreyle dinlendirilmiştir. Dolum her bir üniteye yaklaşık 1 mL'den az olmayacak şekilde amber ampullerde yapılmıştır. Ampullerin kapatılması Ampulmatik-10 (Bioscience, USA) cihazında yapılmıştır. Dolum sırası ampullerin dolum işlemi tamamlandıktan sonra etiketlenmesi ile kayıt altına alınmıştır. Üniteler içerisinden, homojenlik değerlendirmesi, kararlılık çalışmaları ve karakterizasyon gibi üretim sürecinin farklı aşamaları için kullanılacak olan üniteler, kullanılacağı sürecin gerektirdiği koşullarda saklanmak üzere TÜBİTAK UME'de geliştirilen tabakalı rastgele numune seçimi (TRaNS) [6] yazılımı kullanılarak seçilmiştir. Alt gruplara sınıflandırılan numuneler seçilen test koşullarında muhafaza edilmiştir. Satış için ayrılan üniteler sıcaklık kontrolü sağlanarak karanlıkta saklanmıştır.

HOMOJENLİK

Malzeme işleme süreci tamamlanan aday referans malzemenin sertifikalandırılması planlanan parametrelerinin üretilen tüm ünitelerde eşitliğinin ortaya konulması için homojenlik çalışması gerçekleştirilmektedir. Homojenlik çalışması için TÜBİTAK UME tarafından geliştirilen TRaNS yazılımı kullanılarak, 10 ünite, tabakalı rastgele numune seçimine göre ayrılmıştır. Böylece, seçilen örneklerin toplam üretilen numune sayısını temsil etmesi garanti altına alınmıştır. Bu sayı teorik olarak toplam ünite sayısının küpkökü alınarak bulunsa da istatistiksel olarak bir anlam ifade etmesi için en az 10 ünite olması gerekmektedir [2]. Numuneler her üniteden 3 paralel olacak şekilde analiz edilmiştir. Ölçümler tekrarlanabilirlik koşulları dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Analiz edilecek numuneler, analiz ve/veya dolum sırası dizilerinden kaynaklanan herhangi bir eğilim olup olmadığını tespit edebilmek için cihaza rastgele sırayla verilmiştir.

Elde edilen verilerin istatistiksel hesaplamaları TÜBİTAK UME Kimya Grubu uzmanlarınca hazırlanan Microsoft Excel® ile oluşturulan ve geçerli kılınmış şablonlar kullanılarak yapılmıştır.

Analizler sonucunda elde edilen veriler tek-etken varyans analizi (ANOVA) ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. ANOVA istatistik değerlendirmesi için tektepeli dağılım ön şarttır. Shapiro-Wilk testi uygulanarak normal dağılım için sonuçlar değerlendirilmiştir. Böylelikle ünite içi ve üniteler arası elde edilen sonuçların dağılımları histogramlar ile birlikte tektepeli dağılım için kontrol edilmiştir. Elde edilen 30 sonucun ve ünite ortalamalarından ortaya çıkarılan 10 ünitenin (üniteler arası) dağılımının bazı yağ asitleri için Shapiro-Wilk testine göre normal dağılım göstermediği ancak tektepeli dağılım olarak kabul

edilebileceği tespit edilmiştir. Tespit edilen normal dağılımdan sapma, üniteler arası standart sapma tahminini büyük ölçüde etkilememektedir. İstatistiksel değerlendirme sonuçları Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. Homojenlik verilerinin istatistiksel değerlendirilmesi

Parametre	Eğilim var mı?		Aykırı Değer Sayısı		Dağılım?
	Analiz Sırası	Dolum Sırası	Tüm Veri	Ünite Ortalamaları	Normal / Tek Tepeli
Palmitik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Palmitoleik asit	Hayır	Evet	1	0	Hayır / Evet
Margarik asit	Hayır	Hayır	1	0	Hayır / Evet
Margoleik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Stearik asit	Hayır	Hayır	0	1	Hayır / Evet
Oleik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Linoleik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Araşidik asit	Hayır	Hayır	1	0	Hayır / Evet
α -Linolenik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Gadoleik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Behenik asit	Hayır	Hayır	1	0	Hayır / Evet
Lignoserik asit	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Omega-3	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Omega-6	Hayır	Hayır	0	0	Evet / Evet
Omega-9	Hayır	Hayır	0	0	Hayır / Evet

Veriler kontrol edilip istatistiksel olarak herhangi bir eğilim ve/veya aykırı değer olup olmadığı açısından değerlendirilmiştir. Analiz sırası kaynaklı eğilim tespit edilmemiştir. Grubbs’ testi uygulandığında (maksimum ve minimum için ayrı ayrı tek yönlü, $\alpha = 0,05$) gerek tüm veri gerekse ünite ortalama değerlerinde bazı yağ asitlerinde aykırı sonuç bulunmuştur. Aykırı sonuçları değerlendirme dışı bırakmak için herhangi bir teknik gerekçe bulunmadığından tamamı değerlendirmeye dahil edilmiştir. ANOVA kullanarak şişe içi (s_{wb}) ve şişeler arası (s_{bb}) standart sapmanın hesaplanmasında eşitlikler (1) ve (2) uygulanmaktadır [4]:

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

MS_{within} : ünite içi varyansın karelerinin ortalaması,

s_{wb} : altörnekler tüm üniteyi temsil ettiği sürece metodun standart sapmasına eşdeğerdir.

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

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

n : ünite başına tekrar sayısıdır.

$MS_{between}$ MS_{within} 'den küçük olduğu zaman s_{bb} hesaplanamamaktadır. Bunun yerine u_{bb}^* , metot tekrarlanabilirliği tarafından gizlenebilen heterojenlik eşitlik (3)'e göre hesaplanır:

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

$v_{MS_{within}}$: MS_{within} 'in serbestlik derecesidir.

ANOVA uygulanarak gerçekleştirilen hesaplamalarda, s_{bb} veya u_{bb}^* için bulunan değerlerden büyük olan değer homojenlik belirsizlik bileşeni u_{bb} olarak alınmıştır. Homojenlik çalışmasında dolum eğilimi tespit edilen Palmitoleik asit için homojenlik belirsizliği eşitlik (4) ünite ortalamalarında aykırı değer tespit edilen Stearik asiti için ise eşitlik (5) ile hesaplanmıştır;

$$u_{rec,rel} = \frac{|en\ yüksek\ sonuç - en\ düşük\ sonuç|}{2 \cdot \sqrt{3} \cdot \bar{y}} \times 100 \quad (4)$$

$$u_{rec,rel} = \frac{|aykırı\ sonuç - \bar{y}|}{\sqrt{3} \cdot \bar{y}} \times 100 \quad (5)$$

$\bar{y}$: Homojenlik çalışmasına ait tüm sonuçların ortalaması

Homojenlik çalışmasının sonuçları Tablo 3'te, grafikler Ek 1'de verilmiştir.

Tablo 3. Homojenlik çalışmasının sonuçları

Parametre	$s_{wb,rel}, \%$	$s_{bb,rel}, \%$	$u_{bb,rel}^*, \%$	$u_{bb,rel}, \%$
Palmitik asit	0,37	0,43	0,12	0,43
Palmitoleik asit	2,44	0,96	0,79	1,17 ($u_{rec,rel}$)
Margarik asit	2,98	0,68	0,97	0,97
Margoleik asit	0,55	0,19	0,18	0,19
Stearik asit	0,30	0,17	0,10	0,33 ($u_{rec,rel}$)
Oleik asit	0,26	$MS_{between} < MS_{within}$	0,09	0,09
Linoleik asit	0,84	$MS_{between} < MS_{within}$	0,27	0,27
Araşidik asit	1,92	$MS_{between} < MS_{within}$	0,62	0,62
α -Linolenik asit	1,45	0,96	0,47	0,96
Gadoleik asit	6,47	1,43	2,10	2,10
Behenik asit	3,34	1,70	1,08	1,70
Lignoserik asit	4,56	$MS_{between} < MS_{within}$	1,48	1,48
Omega-3	1,45	0,96	0,47	0,96
Omega-6	0,84	$MS_{between} < MS_{within}$	0,27	0,27
Omega-9	0,26	$MS_{between} < MS_{within}$	0,08	0,08

Minimum numune miktarı

İlgili standart metotlarda belirtilen numune miktarı ile ölçümler gerçekleştirilmiştir.

KARARLILIK

Kararlılık çalışmaları, sertifikalı referans malzemenin kullanıcıya gönderilmesi sırasında meydana gelebilecek çevresel şartlar (kısa dönem kararlılık, KDK) ve depolama şartlarının (uzun dönem kararlılık, UDK) laboratuvar ortamında benzer koşullar oluşturulması ile gerçekleştirmiştir. Kısa dönem ve uzun dönem kararlılık testleri için seçilen sırasıyla 10 ve 14'er adet ünite TRaNS yazılımı kullanılarak, rastgele tabakalı örnek seçimi prensibiyle belirlenmiştir.

Kısa dönem kararlılık çalışmaları için test edilecek sıcaklık +45 °C, süreler ise 1, 2 ve 4 hafta olarak belirlenmiştir. Test edilecek her bir zaman için 2 ünite etüve konmuştur. Kısa dönem kararlılık testinde referans nokta için 4 ünite ayrılmış olup, bu üniteler doğrudan referans sıcaklığı olan -20 °C'ye yerleştirilmiştir. Her bir test süresinin sonunda etüvden ikişer ünite referans sıcaklığa transfer edilmiştir. Dört haftalık test süresi tamamlandığında referans sıcaklığa transfer edilen bütün üniteler, referans olarak kullanılacak ünitelerle birlikte TÜBİTAK BUTAL'e gönderilerek eşzamanlı (isochronous) olarak analiz edilmiştir.

Uzun dönem kararlılık testi için test edilecek sıcaklık (22 ± 3) °C, süreler ise 1, 3, 5, 7, 9 ve 12 ay olarak belirlenmiştir. Referans sıcaklığa (-20 °C) 2 ünite yerleştirilmiştir. Belirtilen test sürelerinin sonunda her bir zaman noktası için ayrılan 2'şer ünite referans sıcaklığa aktarılmıştır. 12 aylık test süresi tamamlandığında referans sıcaklığa transfer edilen bütün üniteler, referans olarak kullanılacak ünitelerle birlikte TÜBİTAK BUTAL'e gönderilerek eşzamanlı (isochronous) olarak analiz edilmiştir.

Her iki kararlılık testi için ölçümler, test süresine bağlı olası eğilimlerle analitik sıralamaya bağlı eğilimlerin ayırt edilebilmesi için, test süreleri rastgele sıralanacak şekilde oluşturulan analitik ölçüm dizisi ile analiz edilmiştir. Elde edilen verilerin istatistiksel hesaplamaları TÜBİTAK UME Kimya Grubu uzmanlarınca hazırlanan Microsoft Excel® ile oluşturulan ve geçerli kılınmış şablonlar kullanılarak yapılmıştır.

Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları

Kısa dönem kararlılık çalışmasındaki eşzamanlı gerçekleştirilen ölçüm sonuçları öncelikle aynı zaman noktalarına göre gruplandırılmış ve her bir zaman noktası için değerlendirme yapılmıştır. Her bir zaman noktasında 3 tekrarlı ölçüm sonuçlarına ait grafikler Ek 2'de verilmiştir. Her bir zaman noktasındaki hata çizgileri her iki ünite için elde edilen 3'er sonucun standart sapması olarak hesaplanmıştır.

Her bir süre için elde edilen ölçüm değerleri, diğer değerlerle uyumluluklarının belirlenmesi için Grubbs' testi uygulanarak % 95 ve % 99 güvenirlilik seviyesinde aykırı değerler açısından incelenmiştir.

Kısa dönem kararlılık verilerinin değerlendirilmesinde her bir zaman noktası için hesaplanan değerlerin zamana karşı grafiği çizilmiş ve zamana karşı değerlerde herhangi anlamlı bir değişim olup olmadığının belirlenmesi için değişkenler arasındaki ilişki incelenmiştir (*regression analysis*). Her bir parametre için

doğrusal eğriler çizilmiş ve bu eğimlerin % 95 güvenilirlik seviyesinde ($\alpha = 0,05$) ve % 99 güvenilirlik seviyesinde ($\alpha = 0,01$) sıfırdan anlamlı derecede farklı olup olmadığı t -test (çift kuyruklu t_{crit} değeri) ile test edilmiştir. Analiz sırası ve test süresi sırasına göre verilen ünite numaraları birbirinden bağımsız olacak şekilde belirlendiğinden analiz dizisinden kaynaklı belirlenen eğilim eşitlik (6) kullanılarak düzeltilmiştir.

$$C_{Corrected} = C_{Measured} - b \cdot i \quad (6)$$

b : doğrusal regresyon eğrisinin eğimi,

i : sonucun analitik dizideki konumu.

Kısa dönem kararlılık test sonuçları Tablo 4'de ve grafikler Ek 2'de verilmiştir.

Kısa dönem kararlılığa ilişkin olarak belirsizlik hesaplamaları bu eğime ait belirsizlik ve maruz bırakılabilecek en uzun süre göz önüne alınarak eşitlik (7) kullanılarak hesaplanmıştır [4].

$$u_{sts,rel} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (7)$$

Burada,

RSD : Regresyon eğrisi üzerindeki noktaların bağıl standart sapması B.3.2'de tanımlanan [2],

t_i : Her bir paralel için zaman noktası,

$\bar{t}$: Bütün zaman noktalarının ortalaması,

t : Transfer için öngörülen maksimum süre: 2 hafta

Tablo 4. Kısa Dönem Kararlılık Testi Sonuçları

Parametre	45 °C $u_{sts,rel}$ 2 hafta (%)	% 95 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı ^[1]	% 99 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı ^[1]	% 95 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?	% 99 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?
Palmitik asit	0,29	0	0	Evet	Evet
Palmitoleik asit	1,21	1	0	Evet	Evet
Margarik asit	0,75	1	1	Hayır	Hayır
Margoleik asit	0,21	0	0	Evet	Hayır
Stearik asit	0,08	0	0	Hayır	Hayır
Oleik asit	0,06	0	0	Hayır	Hayır
Linoleik asit	0,20	0	0	Hayır	Hayır
Araşidik asit	0,41	1	1	Hayır	Hayır
α -Linolenik asit	0,43	0	0	Hayır	Hayır
Gadoleik asit	1,64	0	0	Hayır	Hayır
Behenik asit	0,92	1	1	Hayır	Hayır
Lignoserik asit	1,06	0	0	Hayır	Hayır
Omega-3	0,43	0	0	Hayır	Hayır
Omega-6	0,21	0	0	Hayır	Hayır
Omega-9	0,06	0	0	Hayır	Hayır

[1] Grubbs' testi

Yapılan değerlendirme sonucunda, üretilen sertifikalı referans malzemede sertifikalandırılacak olan parametrelerin 2 hafta süre ile +45 °C’de kararlı olduğu görülmüştür. Palmitik asit ve Palmitoleik asit parametrelerinde regresyon eğiminin istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlenmiştir. Belirlenen zamana bağlı değişim dikkate alınarak bozunma etkisi kısa dönem kararlılık belirsizliği bileşenine dahil edilerek belirsizlik bütçesi genişletilmiştir. Bu çalışmanın sonucunda örneklerin sıcaklığın +45 °C’yi ve sürenin 2 haftayı geçmemesi koşulu ile son kullanıcıya herhangi bir soğutma yapılmadan ulaştırılabileceği sonucuna varılmıştır. Sertifikada verilen belirsizlik en fazla +45 °C transfer sıcaklığı ve 2 hafta transfer süresi dikkate alınarak hesaplanmış belirsizliği içermektedir.

Uzun Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları

Üretilen SRM’lerin raf ömrü, uzun dönem kararlılık çalışmaları sonuçlarına göre belirlenmektedir. Bu çalışmada test süresi 12 aylık bir zaman dilimini kapsayacak ve toplam 6 zaman noktası olacak şekilde tasarlanmıştır. Her bir zaman noktasında 2 adet ünite test sıcaklığına konulmuş ve her bir ünitenin 3 tekrarlı ölçüm sonuçlarına ait grafikler Ek 3’te verilmiştir. Her bir zaman noktasındaki hata çizgileri her iki ünite için elde edilen üçer (toplam altı) sonucun standart sapması olarak hesaplanmıştır.

Her bir süre için elde edilen ölçüm değerleri, diğer değerlerle uyumluluklarının belirlenmesi için Grubbs’ testi uygulanarak % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyesinde aykırı değerler açısından incelenmiştir.

Bulunan değerler, zamana karşı grafikte uyum çizgisi (regresyon çizgisi) çizilerek incelenmiştir. Test edilen sıcaklıkta (22 ± 3) °C, çizilen eğim çizgileri için % 95 güvenilirlik seviyesinde uygulanan *t*-testi sonucunda, tüm parametreler için eğimin sıfırdan anlamlı şekilde farklı olmadığı tespit edilmiştir.

Uzun dönem kararlılık, toplam belirsizlik bütçesine katkı sağlayan dört parametreden biridir. Sertifikalı referans malzemenin uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan belirsizlik değeri eşitlik (8) kullanılarak hesaplanmıştır [4].

$$u_{lts,rel} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (8)$$

Burada,

RSD : Regresyon eğrisi üzerindeki noktaların bağıl standart sapması B.3.2’de tanımlanan [2],

t_i : Her bir paralel için zaman noktası,

$\bar{t}$: Bütün zaman noktalarının ortalaması,

t : (22 ± 3) °C sıcaklıkta muhafaza için belirlenen raf ömrü: 12 ay

Bu şekilde hesaplanan sonuçlar Tablo 5’te, grafikler ise Ek 3’te verilmiştir. Uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan belirsizliğin toplam belirsizliğe katkısı için raf ömrü 12 ay olarak belirlenmiştir. Belirlenen raf ömrünün sonrasındaki kararlılığı güvence altına almak için sertifikalandırma sonrası izleme (SSI) sonuçlarına dayanarak belli dönemlerde tekrar değerlendirmeler yapılacaktır.

Tablo 5. Uzun Dönem Kararlılık Testi Sonuçları

Parametre	(22 ± 3) °C $U_{its,rel}$ 12 ay (%)	% 95 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı ^[1]	% 99 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı ^[1]	% 95 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?	% 99 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?
Palmitik asit	0,14	1	1	Hayır	Hayır
Palmitoleik asit	0,63	1	0	Hayır	Hayır
Margarik asit	0,17	0	0	Hayır	Hayır
Margoleik asit	0,29	1	0	Hayır	Hayır
Stearik asit	0,07	0	0	Hayır	Hayır
Oleik asit	0,03	0	0	Hayır	Hayır
Linoleik asit	0,29	0	0	Hayır	Hayır
Araşidik asit	0,10	0	0	Hayır	Hayır
α -Linolenik asit	0,34	0	0	Hayır	Hayır
Gadoleik asit	2,91	0	0	Hayır	Hayır
Behenik asit	0,53	0	0	Hayır	Hayır
Lignoserik asit	0,41	0	0	Hayır	Hayır
Omega-3	0,34	0	0	Hayır	Hayır
Omega-6	0,29	0	0	Hayır	Hayır
Omega-9	0,03	0	0	Hayır	Hayır

[1] Grubbs' testi

Kullanım Kararlılığı Çalışması Sonuçları (Dondur/Çöz Döngüsü)

UME CRM 1335 için, uzun ve kısa dönem kararlılık çalışmalarının yanı sıra, kullanım kararlılığı çalışması da gerçekleştirilmiştir. Kullanım kararlılığı çalışmaları 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 ve 7 hafta olmak üzere her hafta bir dondur/çöz döngüsü şeklinde yapılmıştır. Açılmış örnek 2 mL'lik septalı bir vialle konarak -20 °C'de dondurulmuştur. Her bir döngü için birer haftalık periyotlarla numune don çöz yapılarak 2 tekrarlı analiz edilmiştir. Bununla birlikte, ilgili parametrelerde gözlenen varyasyonların homojenlik çalışmaları sırasında elde edilen ölçüm değişkenliklerinden belirgin şekilde farklı olmadığı ve dondur/çöz döngülerine bağlı sistematik bir bozunma eğilimi göstermediği değerlendirilmiştir.

KARAKTERİZASYON

ISO 17034 standardına göre, karakterizasyon farklı yöntemlerle gerçekleştirilebilir. Bu projede seçilen yaklaşım; yetkin laboratuvarlardan oluşan bir ağ aracılığıyla metoda bağlı olarak tanımlanmış büyüklüklerin karakterizasyonudur.

Çalışma için TS EN ISO/IEC 17025 standardına göre ilgili parametrelerden akredite laboratuvarlar seçilmiştir. Karakterizasyon çalışmasına katılan laboratuvarlar hakkında ayrıntılı bilgi katılımcılar bölümünde verilmiştir. Katılımcı laboratuvarlar, karakterizasyon çalışmasında doğrulanmış metotlar kullanmıştır.

Her laboratuvar, üretilen tüm partiyi temsil edecek şekilde tüm numune setinden seçilen iki ünite numune ile sertifika ve belirsizlik değeri bulunan bir ünite kalite kontrol numunesi almıştır. Numuneler, rastgele tabakalı örnekleme tekniği kullanılarak rastgele seçilmiştir. Katılımcı laboratuvarlardan, her ünite için en az 3 bağımsız ölçüm sonucunu, ilgili ölçüm belirsizliği değerleri ve ölçüm belirsizliğinin tahmini için kullanılan yaklaşımla birlikte bildirmesi istenmiştir.

Ölçüm belirsizlikleri “GUM “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement” [7] ve “EURACHEM/CITAC Analitik Ölçümde Belirsizliğin Hesaplanmasına İlişkin Kılavuz” [8] belgelerine göre ve/veya ISO 17034 ve ISO 33405 standartlarına uygun olarak hesaplanmıştır. Karakterizasyon standart belirsizliği (u_{char}), katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen belirsizliklerin ortalaması ve sonuçların standart sapması dikkate alınarak eşitlik (9) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$u_{char} = \sqrt{\bar{u}_{labs}^2 + \left(\frac{SD}{\sqrt{n}}\right)^2} \quad (9)$$

burada;

u_{char} : Karakterizasyon standart belirsizliğini,

$\bar{u}_{labs}$: Laboratuvarlarca raporlanan standart belirsizliğin aritmetik ortalamasını,

SD : Laboratuvarların sonuçlarının standart sapmasını,

n : Katılımcı laboratuvar sayısını ifade etmektedir.

Karakterizasyon ölçümlerinde görev alan laboratuvarlar Tablo 1’de, kullandıkları metotlar ile ilgili bilgiler Tablo 6’da verilmiştir. Karakterizasyon çalışması ölçüm verileri Ek 4’te sunulmuştur. Karakterizasyon çalışması grafikleri Ek 5’te verilmiştir.

Tablo 6. Zeytinyağı Karakterizasyon Çalışmasında Kullanılan Metotlar ile ilgili Bilgiler

Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Parametre	Kalibrasyon Amacıyla Kullanılan (S)RM’ler
A&T Gıda	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
AYTB	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco FAME Mix GLC-10 CRM 1891
Bursa Gıda Yem	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885

Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Parametre	Kalibrasyon Amacıyla Kullanılan (S)RM'ler
BUTAL	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Çanakkale Gıda	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Chem-Lab NV CL40.13093
Gaziantep Ticaret Borsası	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
GDA Lab	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Gadoleik asit, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Isparta Gıda	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	LGC CPA FAME37 DCM
İstanbul Gıda	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Kalite Sistem	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	AccuStandard FAMQ-005 225091195
LTS Lab	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Nanolab	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Oxigen	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885
Radix İstanbul	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885

Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Parametre	Kalibrasyon Amacıyla Kullanılan (S)RM'ler
Trabzon Gıda	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	FAME Mix 37 components CPAchem 1190854
TSE Gebze	Palmitik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	FAME Mix 37 components CPAchem 956098
Uzman Kalite	Palmitik asit, Palmitoleik asit, Margarik asit, Margoleik asit, Stearik asit, Oleik asit, Linoleik asit, Araşidik asit, α -Linolenik asit, Gadoleik asit, Behenik asit, Lignoserik asit, Omega-3, Omega-6, Omega-9	Supelco 37 Component FAME Mix CRM47885

ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI

Sertifikalandırılan özellik değerlerinin ve buna ait belirsizliklerin atanması için karakterizasyon çalışmasında elde edilen veriler ve beraberindeki belirsizlik değerlerine ek olarak homojenlik ve kararlılık testlerinden elde edilen verilerden hesaplanan belirsizliklerin katkıları da değerlendirilerek gerçekleştirilmiştir. Katılımcı laboratuvarlarca bildirilen sonuçların ortanca değeri referans malzemenin özellik değeri olarak atanmıştır. Ortanca, aykırı değerlere ve normal dağılımdan sapmalara karşı aritmetik ortalamaya göre daha dayanıklı (robust) bir kestirici olması nedeniyle tercih edilmiştir. ISO 33405:2024 standardında, laboratuvarlar arası çalışmalarda aykırı sonuçların veya hafif asimetric veri dağılımlarının bulunabileceği durumlarda robust istatistiksel yaklaşımların kullanılması önerilmektedir. Özellik değerine ait belirsizlik değerinin hesaplanmasında karakterizasyon, homojenlik, kısa dönem ve uzun dönem kararlılık belirsizliklerinin katkıları eşitlik (10)'de verildiği şekilde birleştirilmiştir.

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{sts}^2 + u_{lts}^2} \quad (10)$$

Burada u_{CRM} özellik değerine ait bileşik standart belirsizliği ifade etmektedir. Bu değer, eşitlik (11)'de gösterildiği şekilde k kapsam faktörü ile çarpılarak sertifika değerine ait genişletilmiş belirsizliğe dönüştürülür.

$$U_{CRM} = k \cdot u_{CRM} \quad (11)$$

Sertifika değeri ile birlikte verilen belirsizlik değeri % 95 güvenilirlik seviyesine karşılık gelen kapsam faktörü $k = 2$ ile çarpılarak genişletilmiş belirsizliktir. Sertifika değeri ve üzerindeki belirsizlikler Tablo 7'de verilmiştir.

Tablo 7. Sertifika Değeri ve Belirsizliği

Parametre	Sertifika Değeri ^[1] (g/100g)	$U_{CRM}^{[1,2]}$ (g/100g) (k=2)	$U_{CRM,rel}$ (%, k=2)	$u_{char,rel}$ (%)	$u_{bb,rel}$ (%)	$u_{sts,rel}$ (%)	$u_{lts,rel}$ (%)
Palmitik asit ^[3]	14,32	0,45	3,14	1,47	0,43	0,29	0,14
Palmitoleik asit ^[4]	1,13	0,17	15,12	7,34	1,17	1,21	0,63
Margarik asit ^[5]	0,158	0,026	16,51	8,16	0,97	0,75	0,17
Margoleik asit ^[6]	0,267	0,030	11,16	5,57	0,19	0,21	0,29
Stearik asit ^[6]	2,89	0,11	3,86	1,90	0,33	0,08	0,07
Oleik asit ^[7]	72,8	2,5	3,44	1,72	0,09	0,06	0,03
Linoleik asit ^[8]	6,1	0,3	4,48	2,19	0,27	0,20	0,29
Araşidik asit ^[4]	0,47	0,03	6,48	3,15	0,62	0,41	0,10
α -Linolenik asit ^[3]	0,849	0,059	6,9	3,27	0,96	0,43	0,34
Gadoleik asit ^[5]	0,286	0,052	18,21	8,20	2,10	1,64	2,91
Behenik asit ^[8]	0,123	0,017	13,48	6,43	1,70	0,92	0,53
Lignoserik asit ^[9]	0,078	0,015	19,36	9,50	1,48	1,06	0,41
Omega-3 ^[10]	0,853	0,062	7,21	3,43	0,96	0,43	0,34
Omega-6 ^[8]	6,2	0,3	5,31	2,62	0,27	0,21	0,29
Omega-9 ^[7]	73,1	2,5	3,43	1,71	0,08	0,06	0,03

- [1] Sertifikalandırılan değer ve belirsizlik değeri Uluslararası Birimler Sistemi'ne (SI) izlenebilir. Değer, yağ asidi metil esterinin 100 g toplam yağ asidi metil esteri içindeki miktarı olarak ifade edilmiştir.
- [2] Sertifikalandırılan değere ait belirsizlik, karakterizasyon, homojenlik, kararlılık bileşenlerini içermektedir ve standart ölçüm belirsizliğinin normal dağılım için yaklaşık % 95 güvenilirlik seviyesini sağlayan $k = 2$ kapsam faktörü ile çarpımının sonucudur. Standart ölçüm belirsizliği GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" dokümanına uygun olarak belirlenmiştir.
- [3] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 8 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [4] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 16 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [5] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 17 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [6] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 15 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [7] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 13 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [8] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 14 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [9] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 11 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.
- [10] TS EN ISO 12966-1/2/4 metodları kullanılarak 7 laboratuvar tarafından bildirilen sonuçların ağırlıksız ortanca değerinden elde edilmiştir.

BİLGİLENDİRME AMAÇLI DEĞERLER

Homojenlik ve kararlılığının tespiti için çalışma yapılmamış parametreler için bilgilendirme amacıyla atanan değerler ve standart sapma verileri Tablo 8'de sunulmuştur.

Tablo 8. Bilgilendirme Amaçlı Değerler ve Belirsizlikler

Parametre	Atanmış Değer	Standart Sapma/ Belirsizlik
Kırılma İndisi ^[1]	1,4690	0,0003 ^[4]
Toplam Polifenol (mg/kg) ^[2]	445	7 ^[4]
Yoğunluk (g/cm ³) ^[3]	0,912114	0,000022 ^[5]

[1] ISO 6320 metodu kullanılarak 20 °C'de belirlenmiştir.

[2] COI/T.30/Doc.No29/Rev1 2017 metodu kullanılarak Tyrasol cinsinden belirlenmiştir.

[3] Yoğunluk ölçümü değeri TÜBİTAK UME'de ISO 12185 standardına göre 20 °C'de elde edilmiştir.

[4] Sonuçların standart sapma değeridir.

[5] Beyan edilmiş genişletilmiş ölçüm belirsizliği, standart ölçüm belirsizliğinin normal dağılım için yaklaşık % 95 güvenilirlik seviyesini sağlayan $k = 2$ kapsam faktörü ile çarpımının sonucudur. Standart ölçüm belirsizliği GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" dokümanına uygun olarak belirlenmiştir.

METROLOJİK İZLENEBİLİRLİK

TS EN ISO/IEC 17025 standardına uygun olarak SRM'nin metrolojik izlenebilirliği, katılımcı laboratuvarlarca gerçekleştirilen kalibrasyonlarda izlenebilir kalibrasyon standartları kullanılarak sağlanmıştır. Karakterizasyon ölçümlerinde laboratuvarların kullandıkları kalibrasyon standartları ile ilgili bilgiler Tablo 6'da verilmiştir. Bunun yanı sıra, karakterizasyon çalışması kapsamında TÜBİTAK UME tarafından kalite kontrol malzemesi katılımcı laboratuvarlara gönderilmiş ve elde edilen sonuçlar değerlendirilerek ölçüm sonuçlarının uygunluğu kontrol edilmiştir.

KULLANIM TALİMATI

Malzemenin Tanımlaması

Sertifikalı Referans Malzeme (SRM), 2 mL'lik amber renkli cam ampülde yaklaşık 1,2 mL zeytinyağı içeren 4 ampülden oluşmaktadır.

Kullanım Amacı

Bu malzemenin yağ asitleri analizleri tayinine yönelik metotların geçerli kılınmasında, doğrulanmasında ve kalite kontrolünde kullanılması amaçlanmıştır.

Sevkiyat Koşulları

Malzeme, sıcaklığın +45 °C ve nakliye süresinin 2 haftayı geçmemesi koşuluyla ek soğutma önlemleri alınmadan taşınabilir.

Saklama Koşulları

Malzeme karanlık, temiz ve kuru bir ortamda (22 ± 3) °C'de saklanmalıdır. Açılmış ampul içeriğinin mümkün olan en kısa sürede kullanılması tavsiye edilir. Kullanım sonrası saklama gerekli ise, malzeme uygun şekilde kapatılmış septalı viallere aktarılmalı ve -20 °C'de muhafaza edilmelidir. Kullanım kararlılığı çalışmaları sonucunda, malzemenin en fazla 7 dondur/çöz döngüsüne maruz bırakılmasının sertifikalandırılan parametreler üzerinde anlamlı bir değişime neden olmadığı gösterilmiştir.

TÜBİTAK UME, kullanım talimatlarına ve belirtilen saklama koşullarına uyulmaması nedeniyle müşteri tesislerinde malzemede meydana gelebilecek değişikliklerden sorumlu tutulamaz.

Güvenlik Uyarıları

Bu malzeme sadece laboratuvar kullanımı içindir ve tehlikeli madde olarak sınıflandırılmamaktadır. Kullanım sırasında laboratuvarlarda geçerli genel güvenlik kurallarına uyulmalı; uygun kişisel koruyucu ekipmanlar (koruyucu gözlük, laboratuvar eldiveni ve laboratuvar önlüğü vb.) kullanılmalıdır. Ürün cam ampul içerisinde sunulduğundan, açma ve kullanım sırasında kırılmaya bağlı kesilme veya yaralanma riskine karşı dikkatli olunmalıdır. Malzemeye ait detaylı güvenlik bilgileri Güvenlik Bilgi Formu'nda (SDS) verilmiştir.

Minimum Örnek Alım Miktarı

İlgili standart metotlarda belirtilen numune miktarları ile çalışma yapılmalıdır.

Sertifika Değerlerinin Kullanılması

Metot performansının değerlendirilmesi için SRM'nin ölçülen değerleri sertifika değerleri ile karşılaştırılır [5]. Karşılaştırma işlemi aşağıda belirtildiği şekilde özetlenebilir:

- Ortalama bulunan değer ile sertifika değeri arasındaki mutlak fark bulunur ($|\Delta_m|$)
- Ölçüm belirsizliği (u_{meas}) ile sertifika değerindeki standart belirsizliği (u_{CRM}) Eşitlik (12) kullanılarak birleştirilir,

$$u_{\Delta} = \sqrt{u_{meas}^2 + u_{CRM}^2} \quad (12)$$

Bileşik belirsizliği kapsam faktörü ($k = 2$) ile çarpılarak genişletilmiş belirsizlik hesaplanır Eşitlik (13), bu % 95 güven seviyesine karşılık gelmektedir.

$$U_{\Delta} = 2 \times u_{\Delta} \quad (13)$$

Eğer $|\Delta_m| \leq U_{\Delta}$ ise, ölçüm sonucu ile sertifika değeri arasında % 95 güvenilirlik seviyesinde anlamlı bir fark olmadığı kabul edilir.

Ölçüm sonuçlarının değerlendirilebileceği ve kalite kontrol kartlarının kullanıcılarca oluşturulabileceği bir çevrimiçi sonuç değerlendirme uygulamasına aşağıdaki adresten ulaşılabilir:

https://rm.ume.tubitak.gov.tr/srm_sd

TEŞEKKÜR

Zeytinyağı sertifikalı referans malzemesinin üretim ve sertifikalandırma süreçlerine verdikleri destek ve sağladıkları değerli katkılarından dolayı, öncelikle TÜBİTAK BUTAL Müdürü Sn. Sedat AKTAŞ'a, Sn. Yiğit ŞAHİN'e ve akabinde Sn. Dr. Hüma KURTOĞLU'na, TÜBİTAK BUTAL Gıda ve Tarım Kimyası Laboratuvarı çalışanlarına, kırılma indisi ölçümleri için TÜBİTAK MAM İklim ve Yaşam Bilimleri Gıda Teknolojileri Enstitüsü'nde görevli Sn. Dr. Öznur KARAOĞLU'na en içten teşekkürlerimizi sunarız.

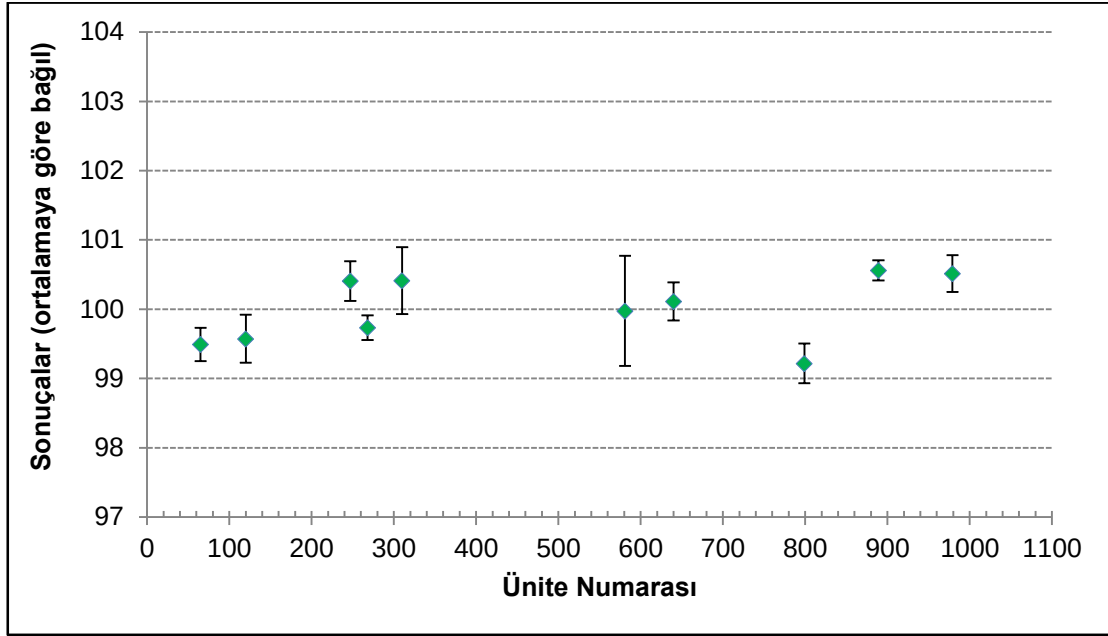
REFERANSLAR

- [1] ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers
- [2] ISO 33405:2024, Reference materials — Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability
- [3] Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği (Tebliğ No: 2017/26), 17.09.2017
- [4] T. P. J. Linsinger, J. Pauwels, A. M. H. Van der Veen, H. Schimmel, A. Lamberty, Homogeneity and stability of reference materials, Accred. Qual. Assur. 6:20-25 (2001)
- [5] ERM Application Note 1: Comparison of a measurement result with the certified value, (2010) <https://crm.jrc.ec.europa.eu/e/132/User-support-Application-Notes>
- [6] TRaNS, Sürüm 1-Tabakalı Rastgele Numune Seçim yazılımı, UME 2012
- [7] JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement
- [8] EURACHEM/CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Third Edition (2012)

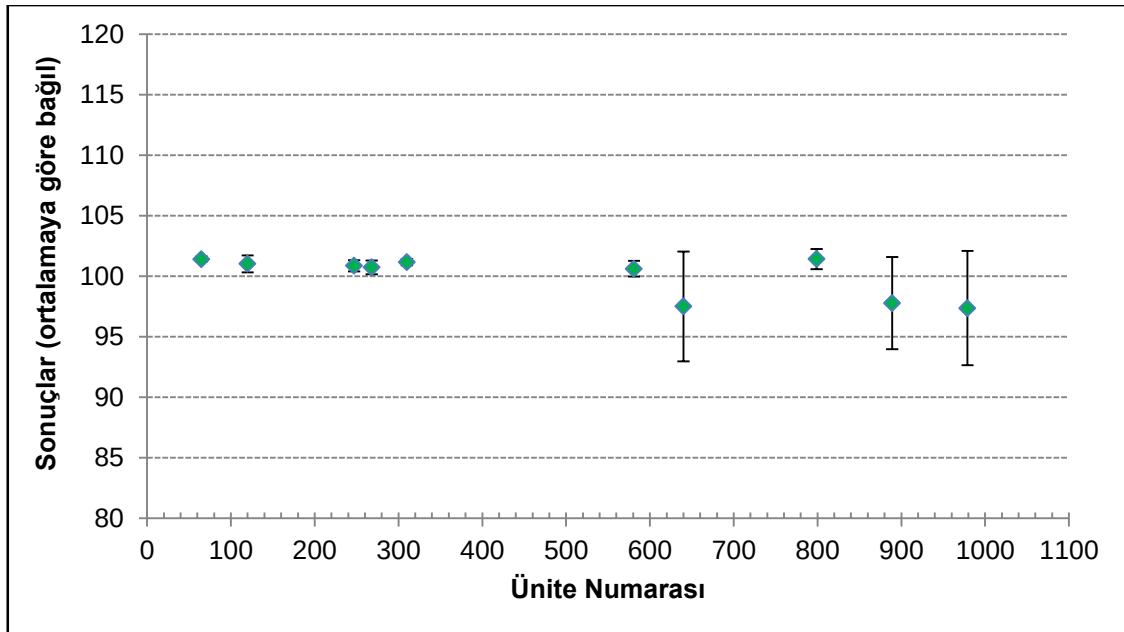
REVİZYON TARİHÇESİ

Tarih	Açıklama
22.06.2026	İlk yayın.

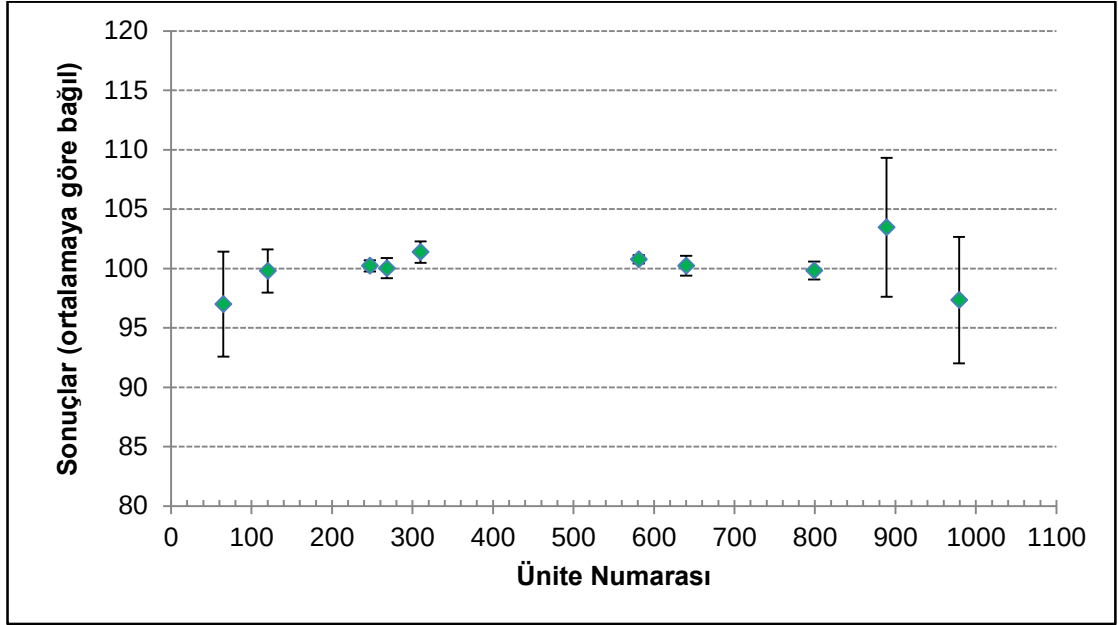
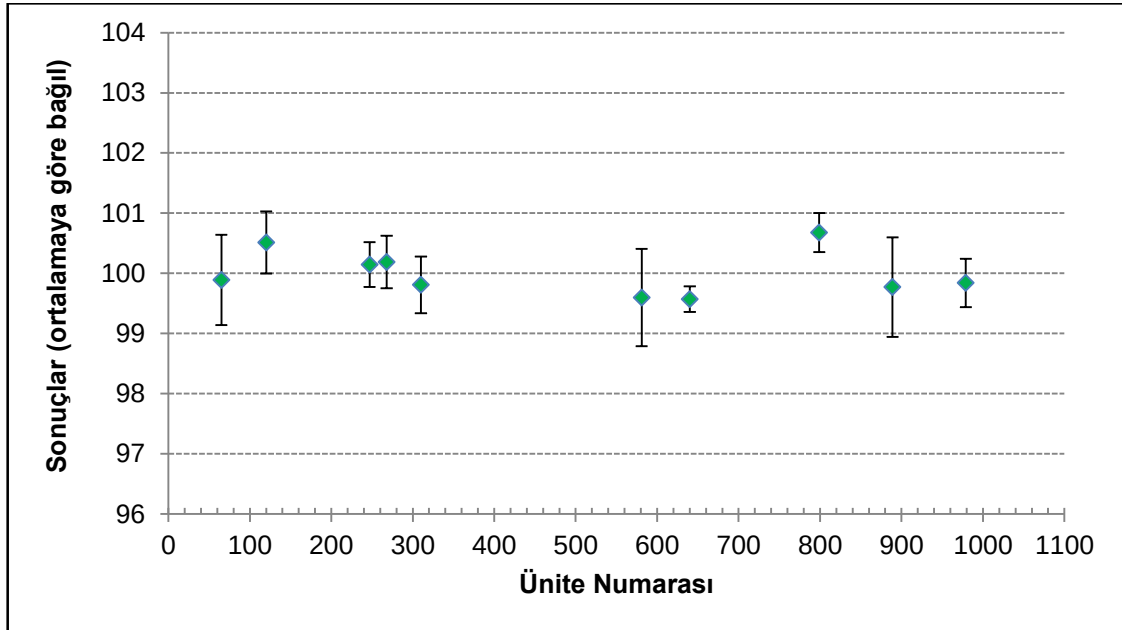
EK 1. Homojenlik Çalışmasına ait Grafikler

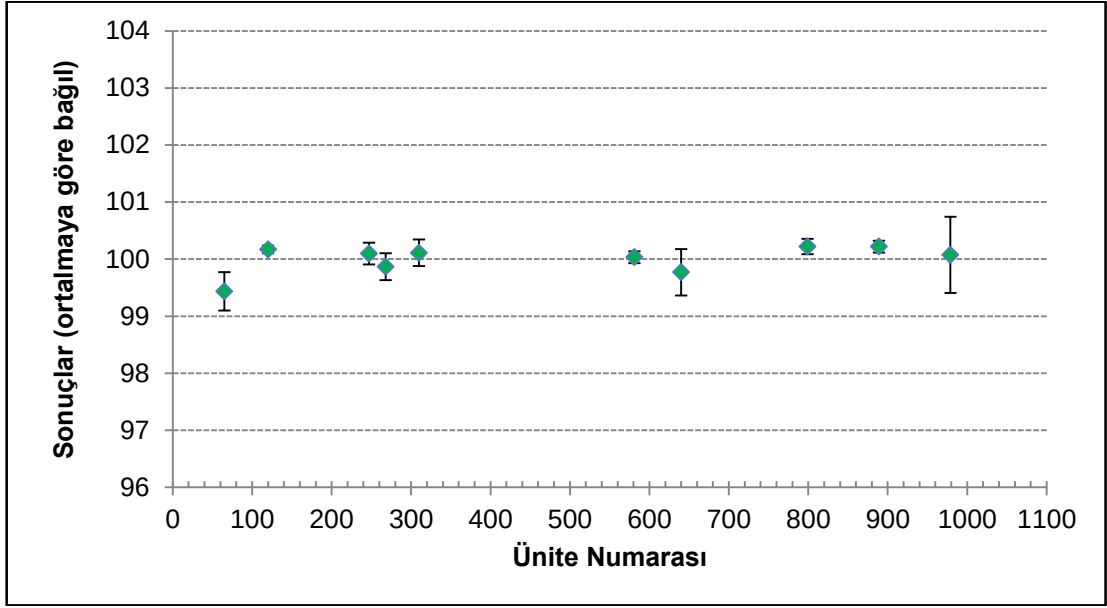


Şekil E1. Palmitik asit üniteleri arası homojenlik grafiği

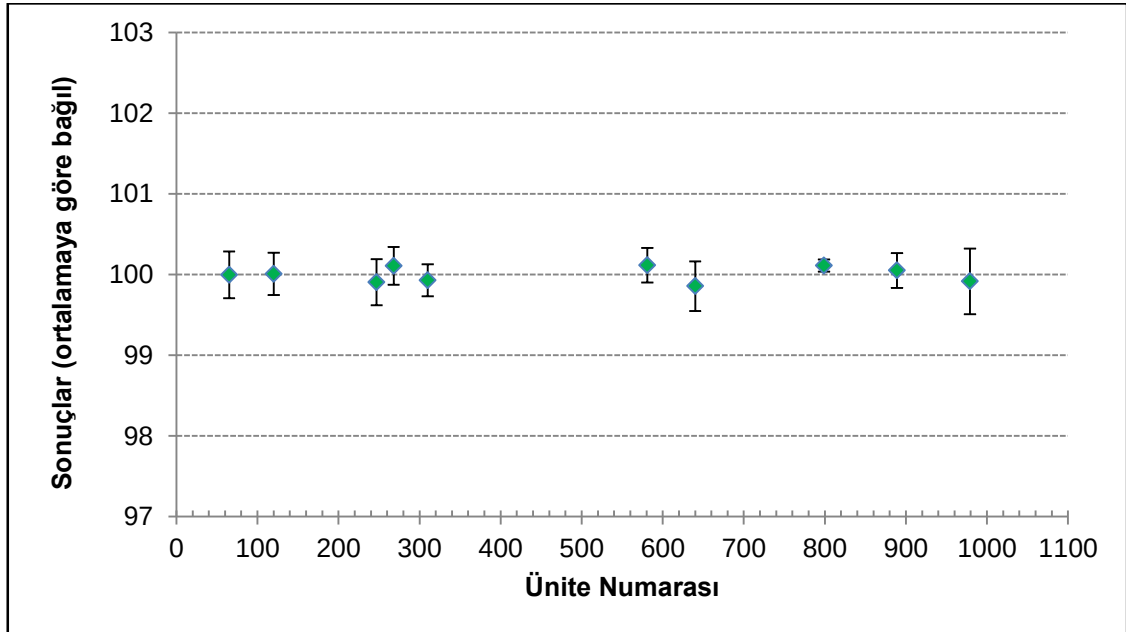


Şekil E2. Palmitoleik asit üniteleri arası homojenlik grafiği

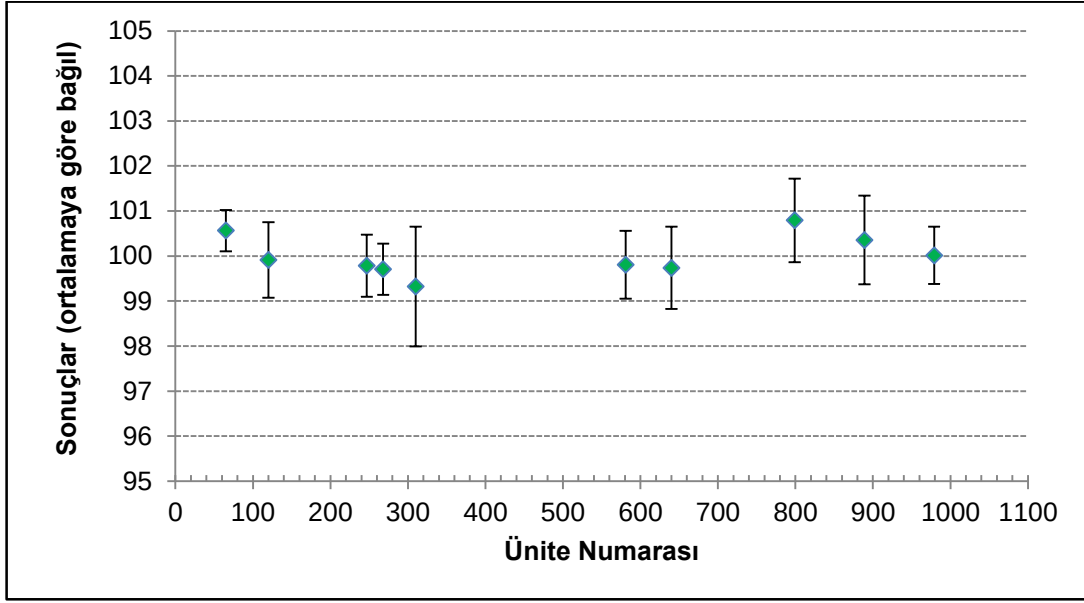
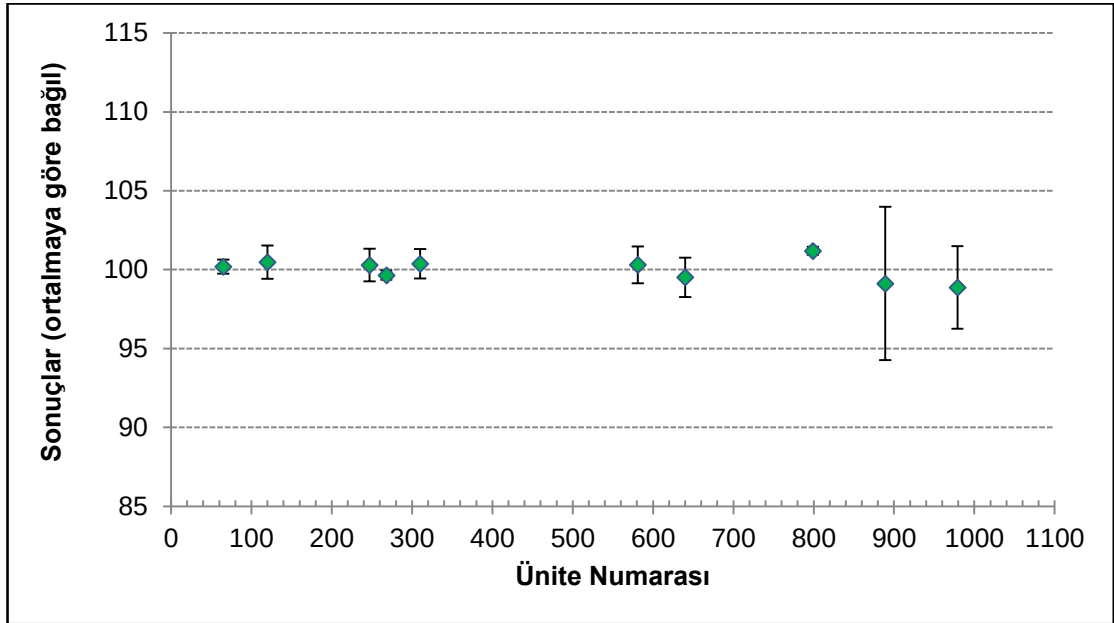
**Şekil E3.** Margarik asit üniteleri arası homojenlik grafiği**Şekil E4.** Margoleik asit üniteleri arası homojenlik grafiği

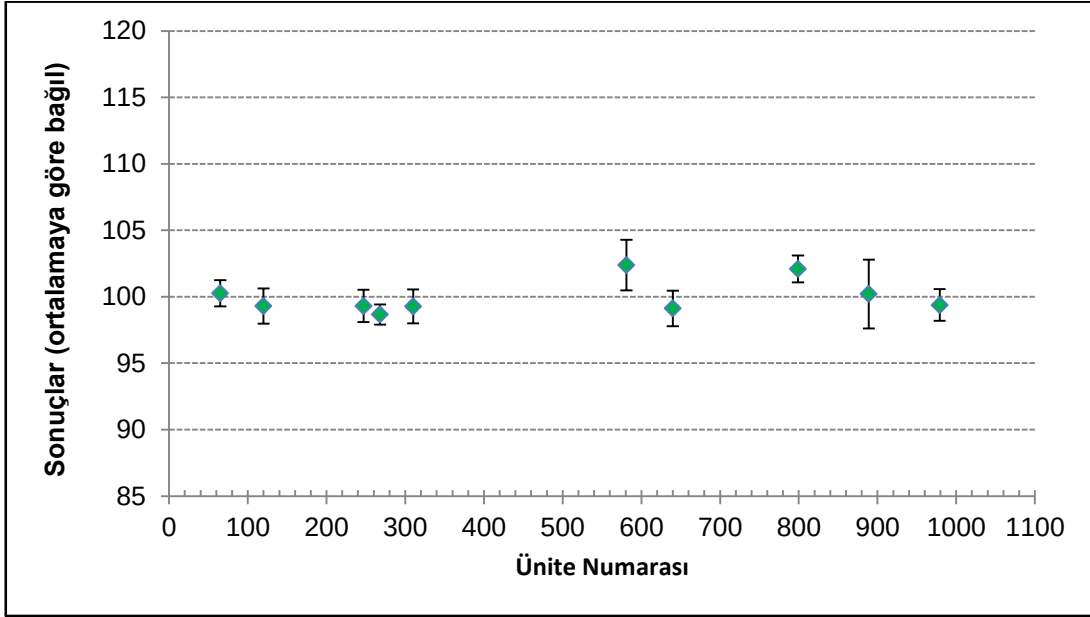


Şekil E5. Stearik asit üniteler arası homojenlik grafiği

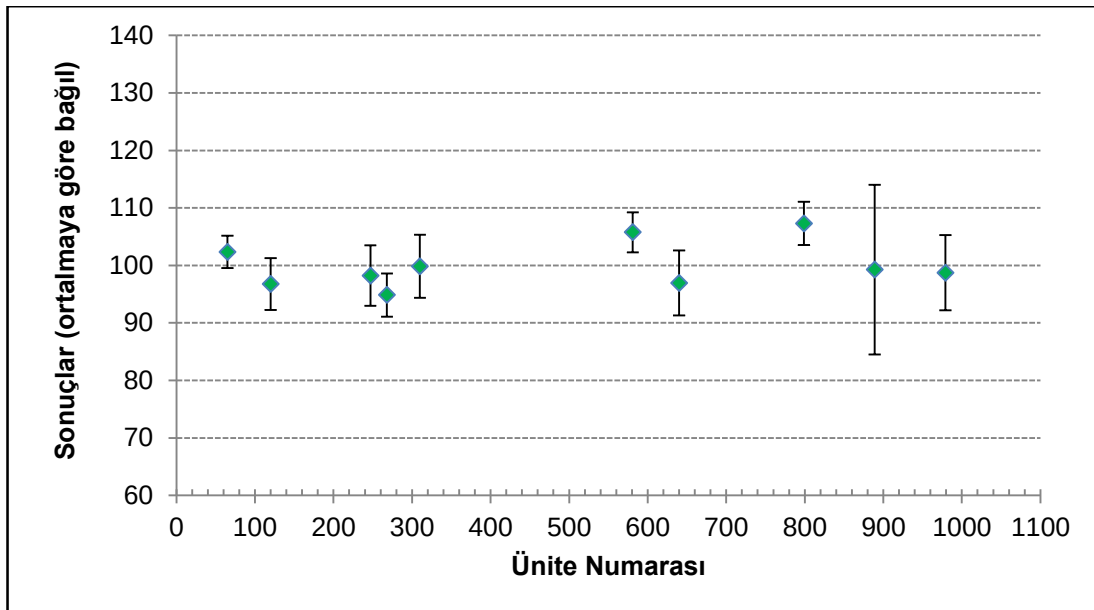


Şekil E6. Oleik asit üniteler arası homojenlik grafiği

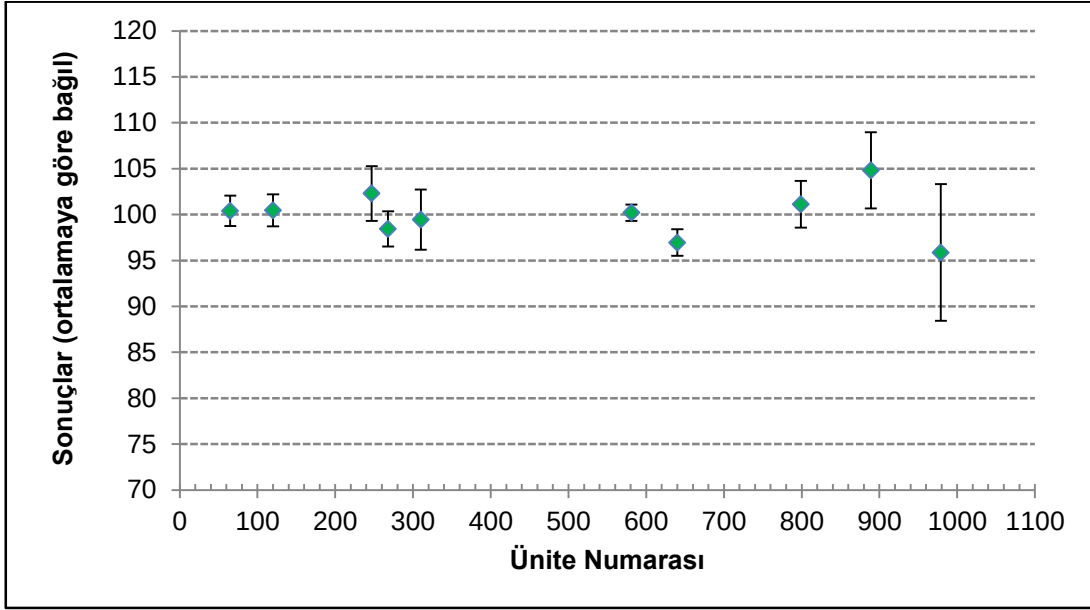
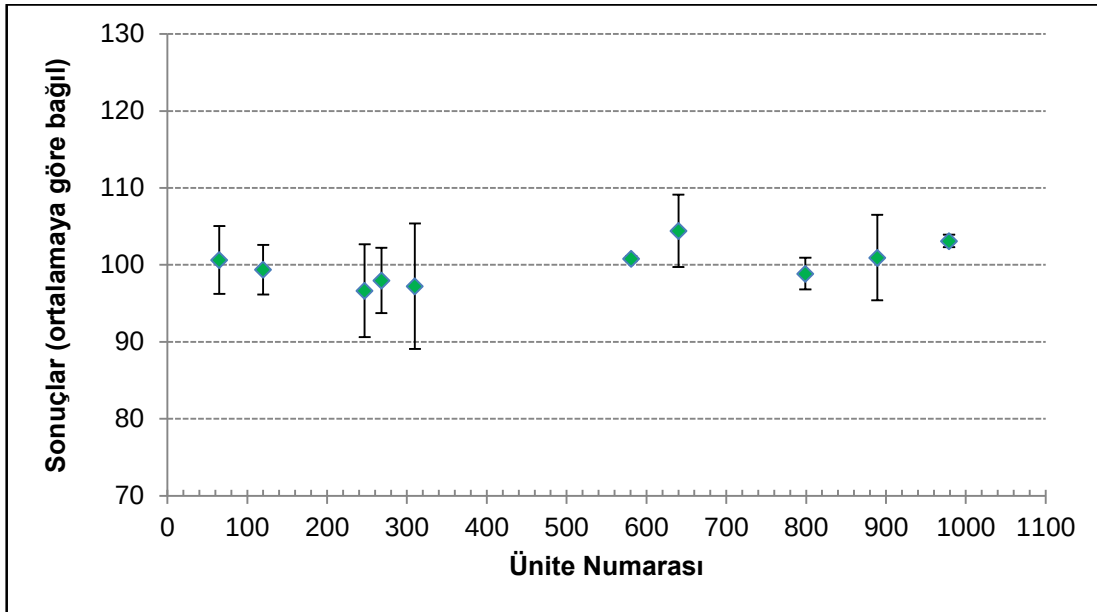
**Şekil E7.** Linoleik asit üniteler arası homojenlik grafiği**Şekil E8.** Araşidik asit üniteler arası homojenlik grafiği

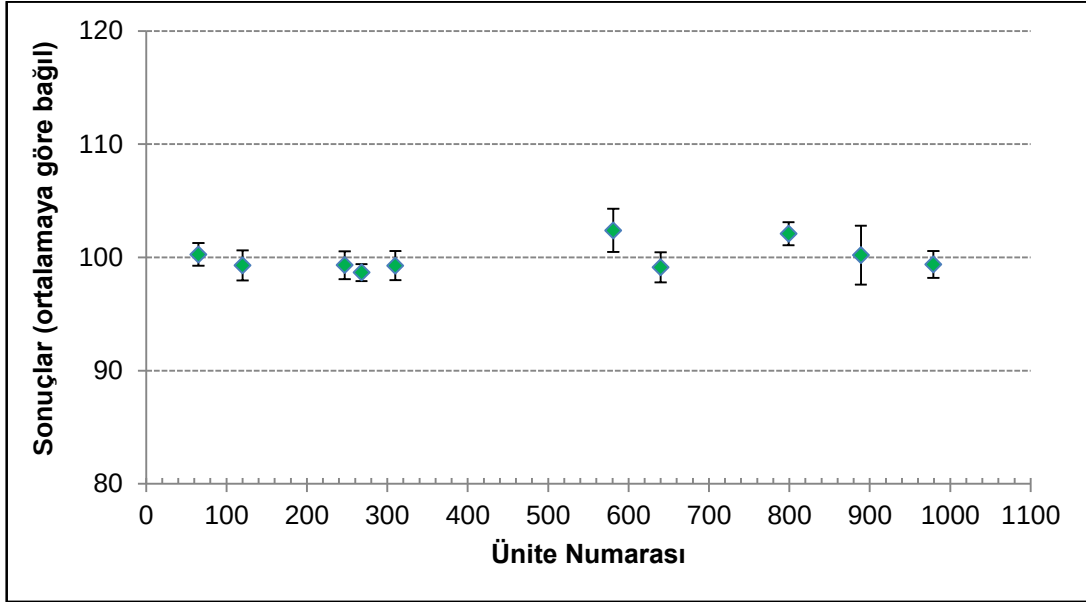
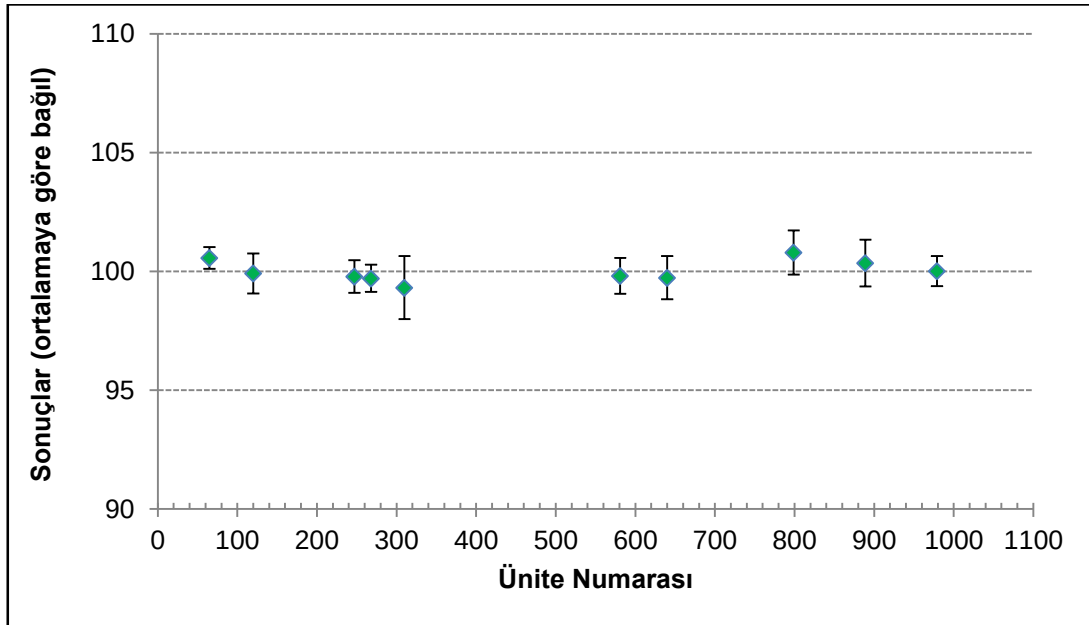


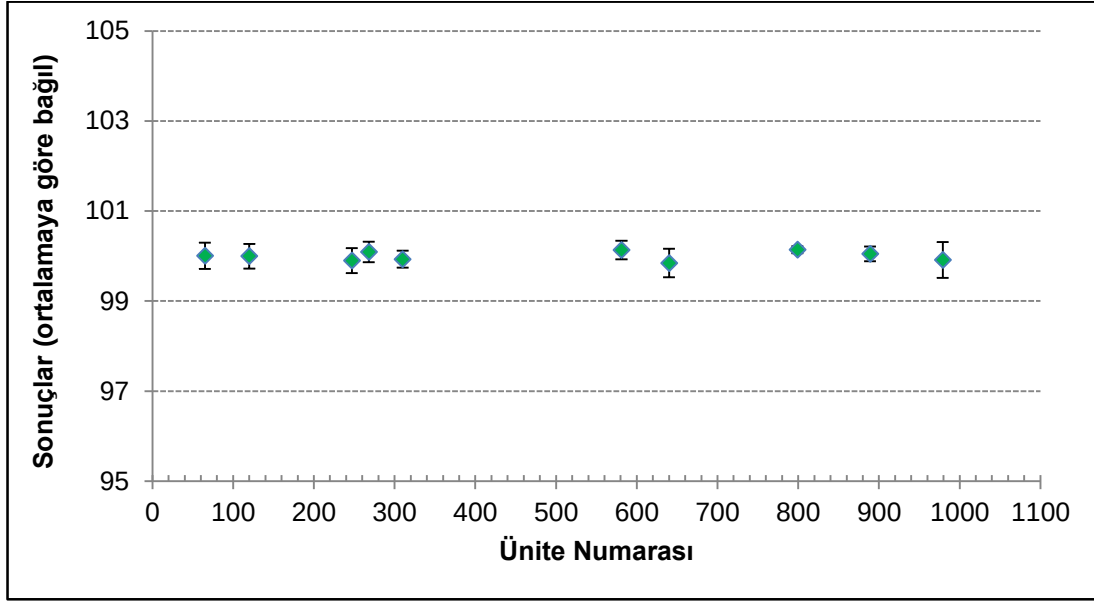
Şekil E9. α -Linolenik asit üniteler arası homojenlik grafiği



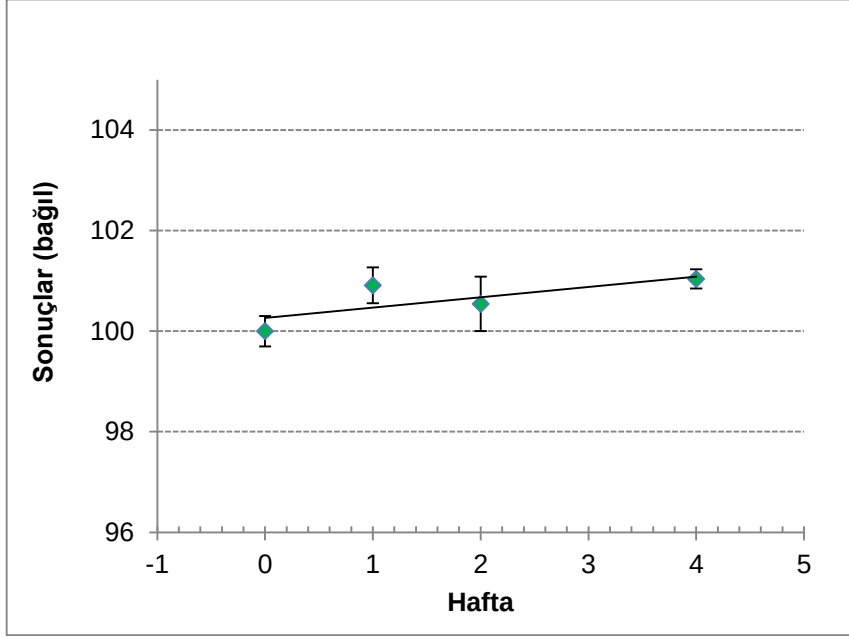
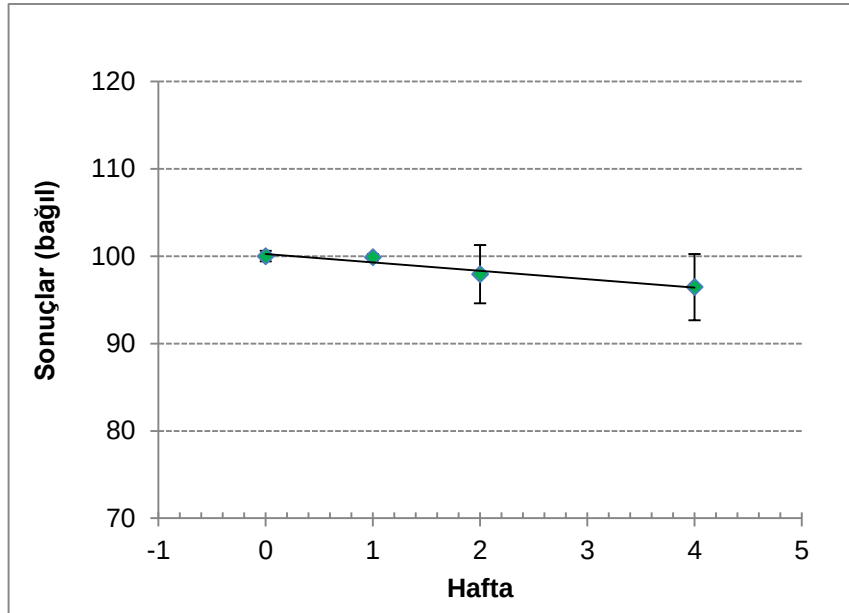
Şekil E10. Gadoleik asit üniteler arası homojenlik grafiği

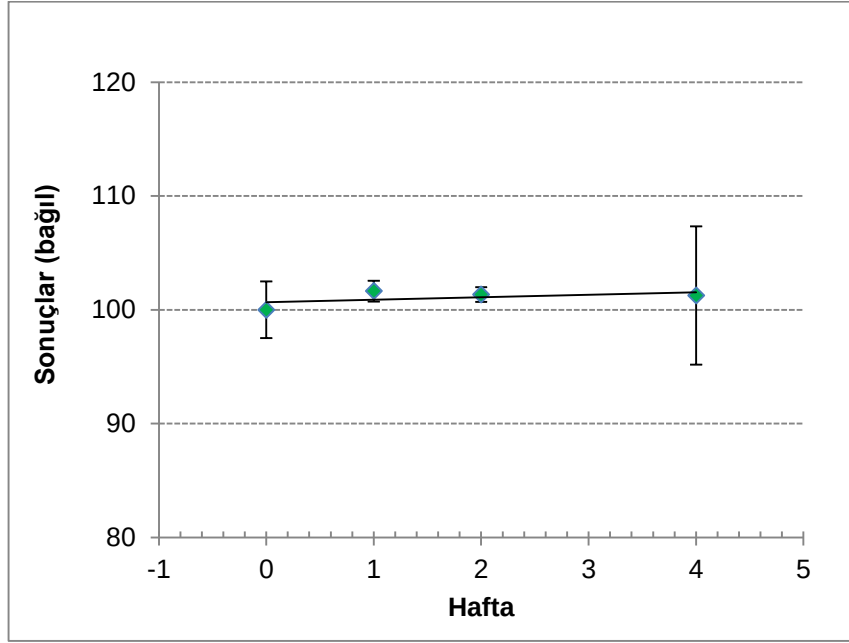
**Şekil E11.** Behenik asit üniteler arası homojenlik grafiği**Şekil E12.** Lignoserik asit üniteler arası homojenlik grafiği

**Şekil E13.** Omega-3 üniteleri arası homojenlik grafiği**Şekil E14.** Omega-6 üniteleri arası homojenlik grafiği

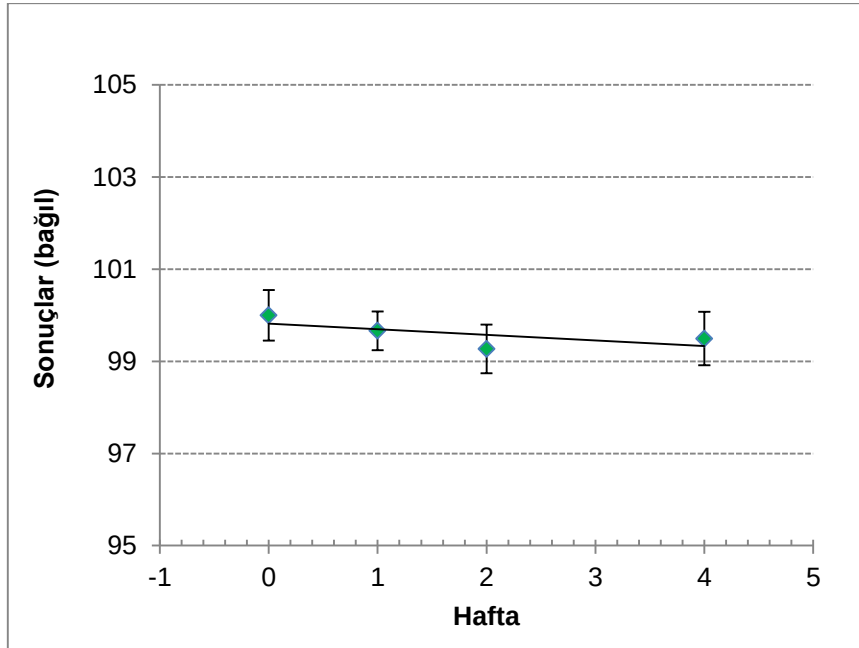


Şekil E15. Omega-9 üniteler arası homojenlik grafiği

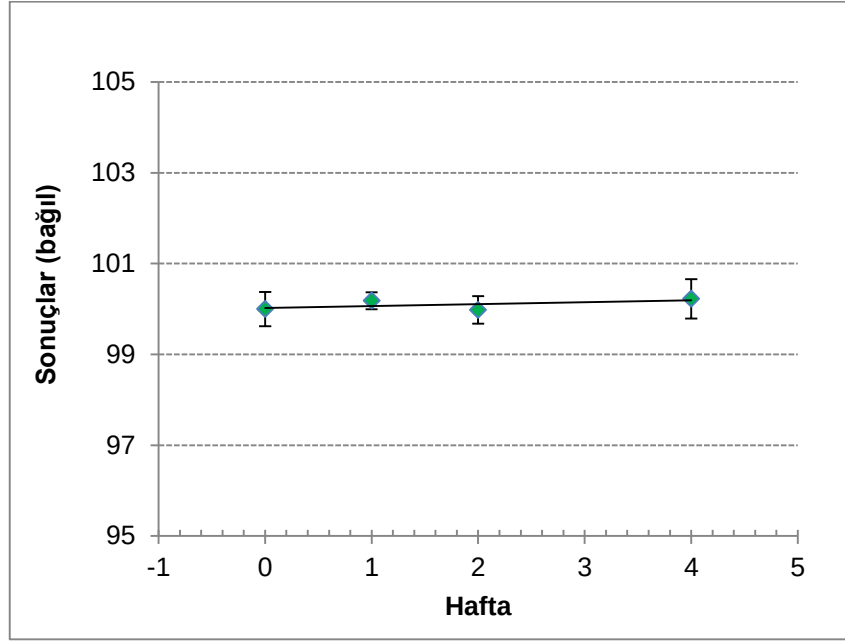
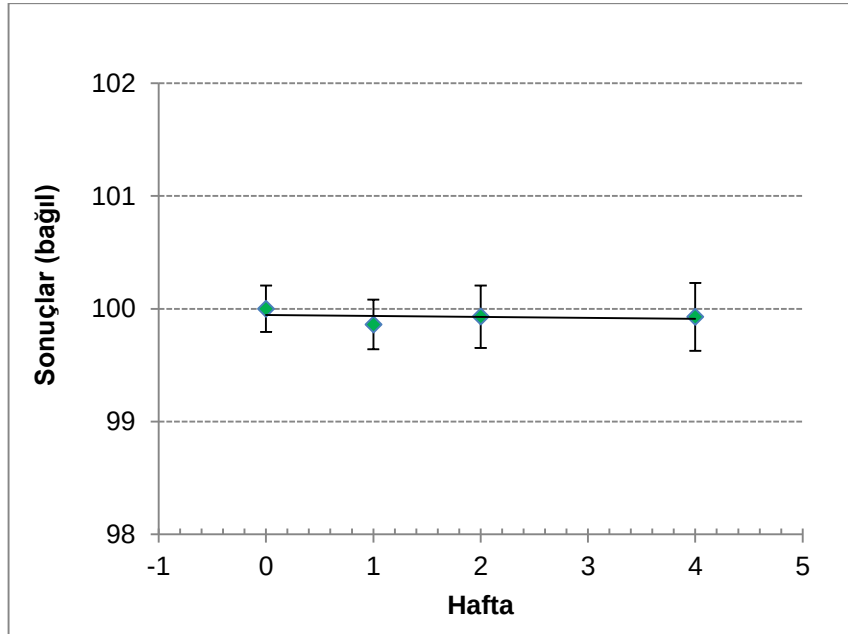
EK 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışmasına ait Grafikler**Şekil E16.** Palmitik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği**Şekil E17.** Palmitoleik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

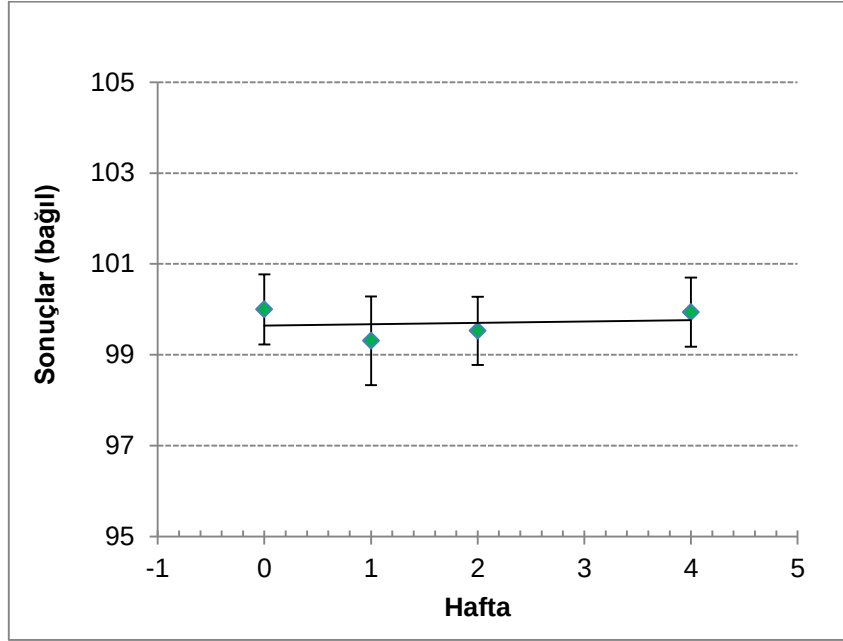


Şekil E18. Margarik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

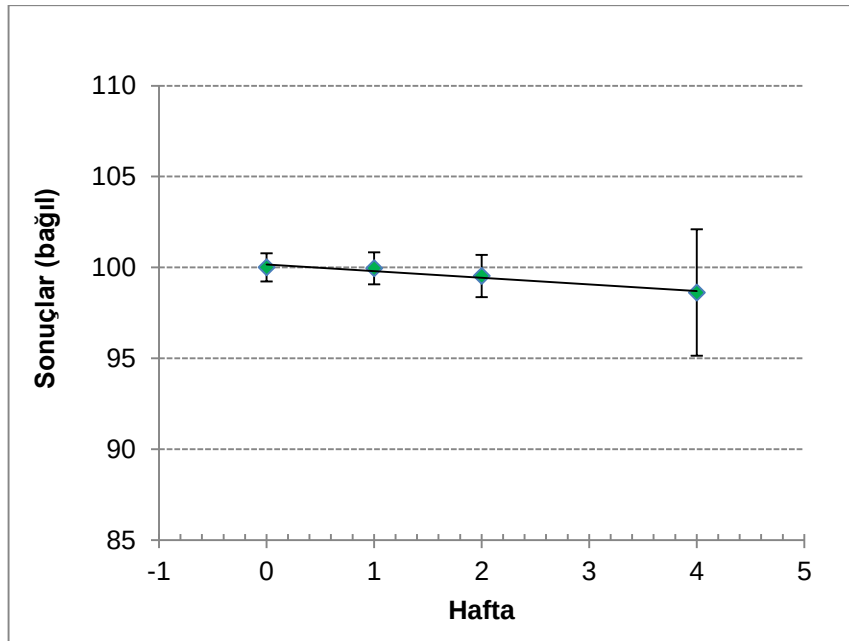


Şekil E19. Margoleik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

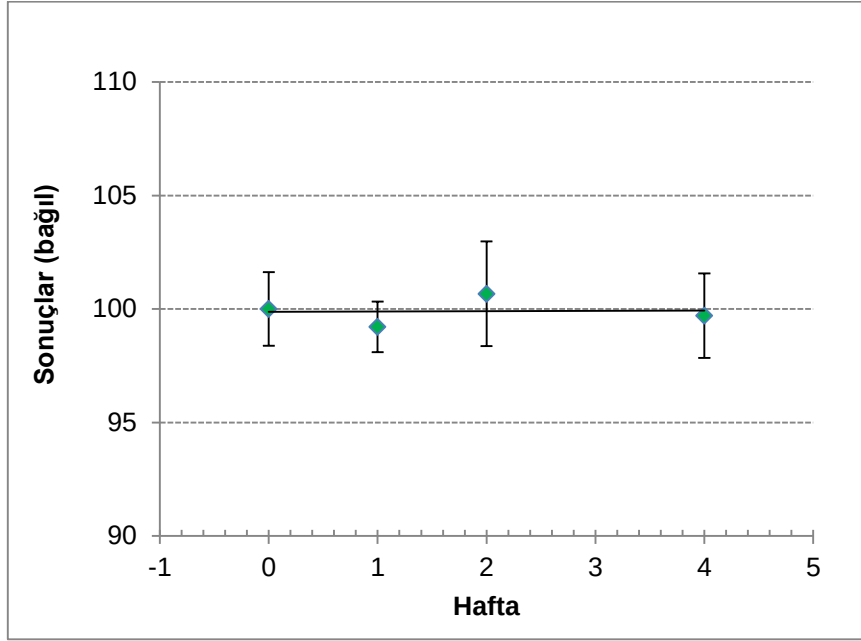
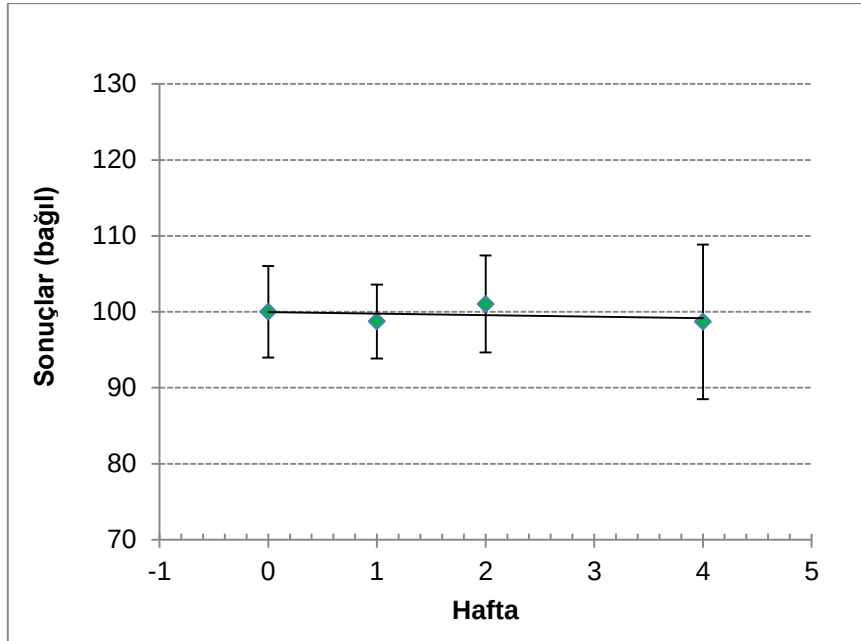
**Şekil E20.** Stearik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği**Şekil E21.** Oleik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

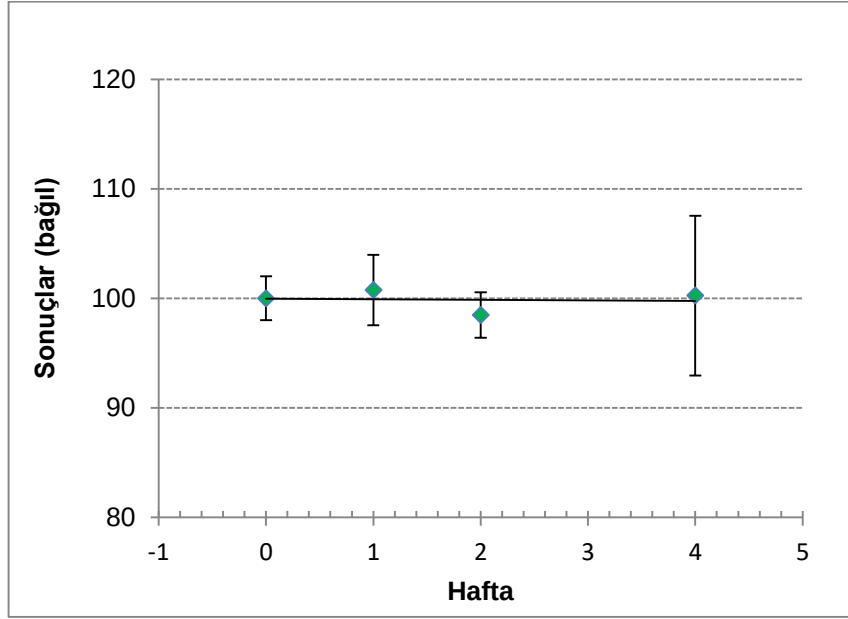


Şekil E22. Linoleik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

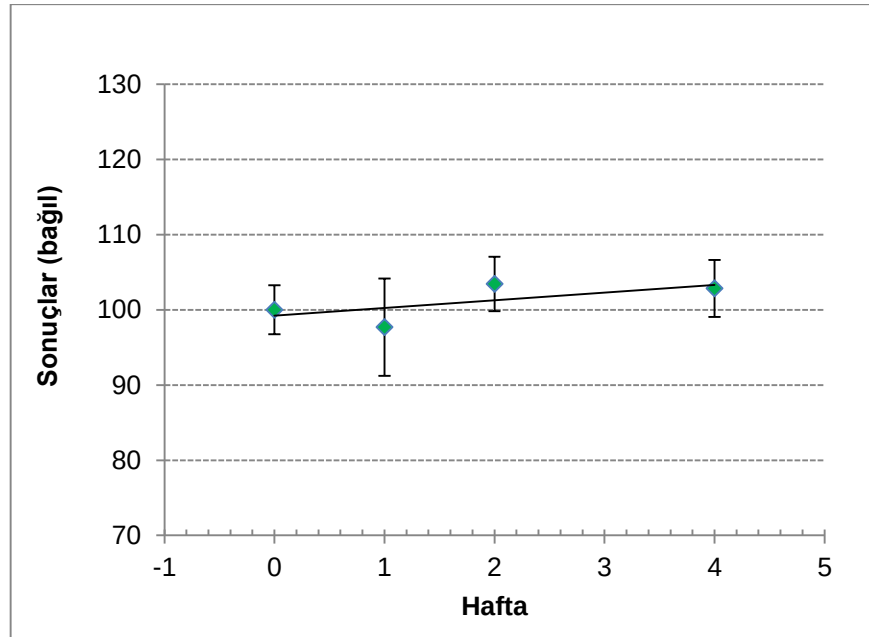


Şekil E23. Araşidik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

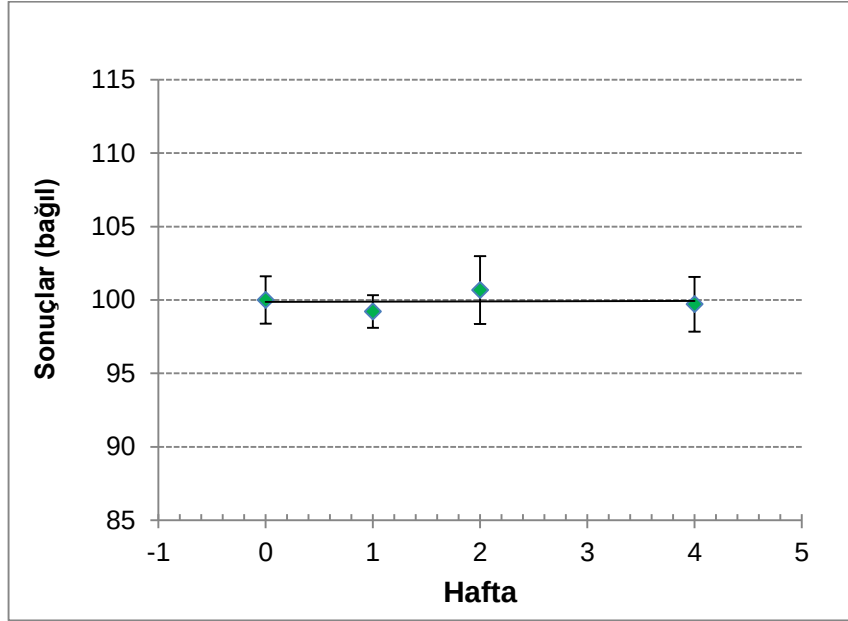
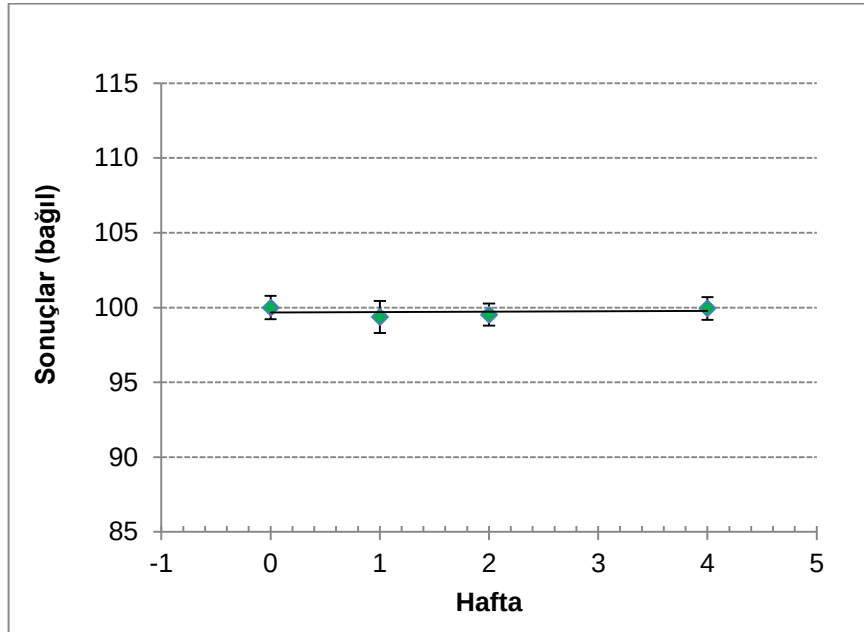
**Şekil E24.** α -Linolenik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği**Şekil E25.** Gadoleik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

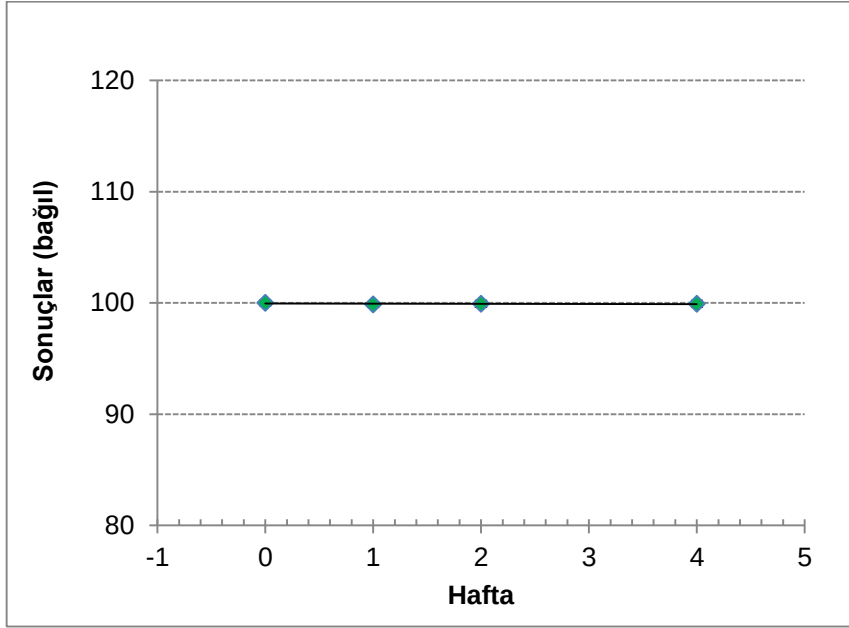


Şekil E26. Behenik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

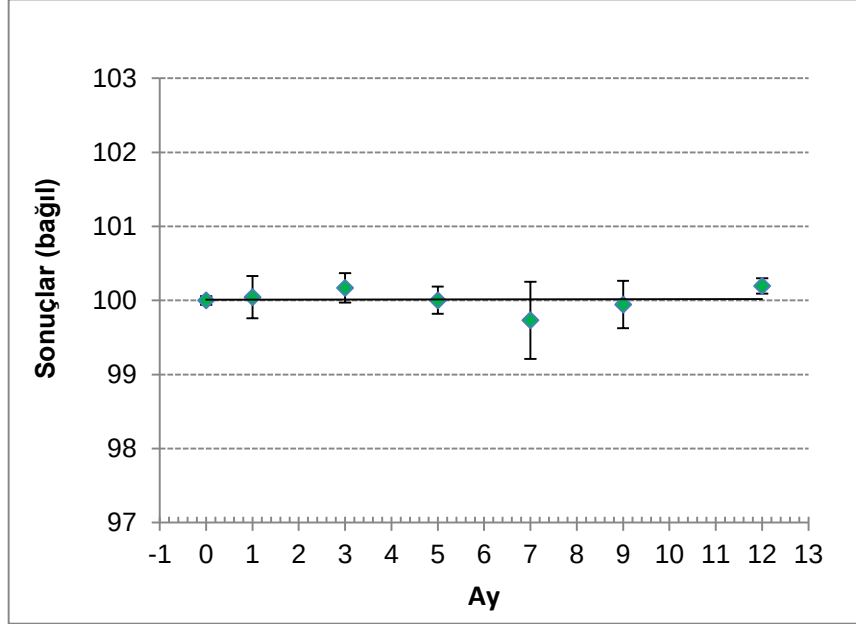
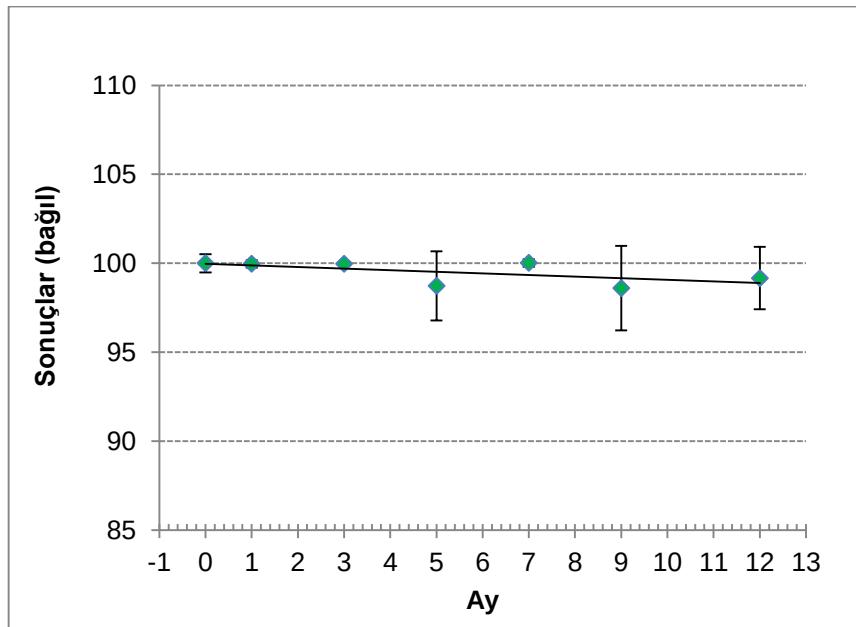


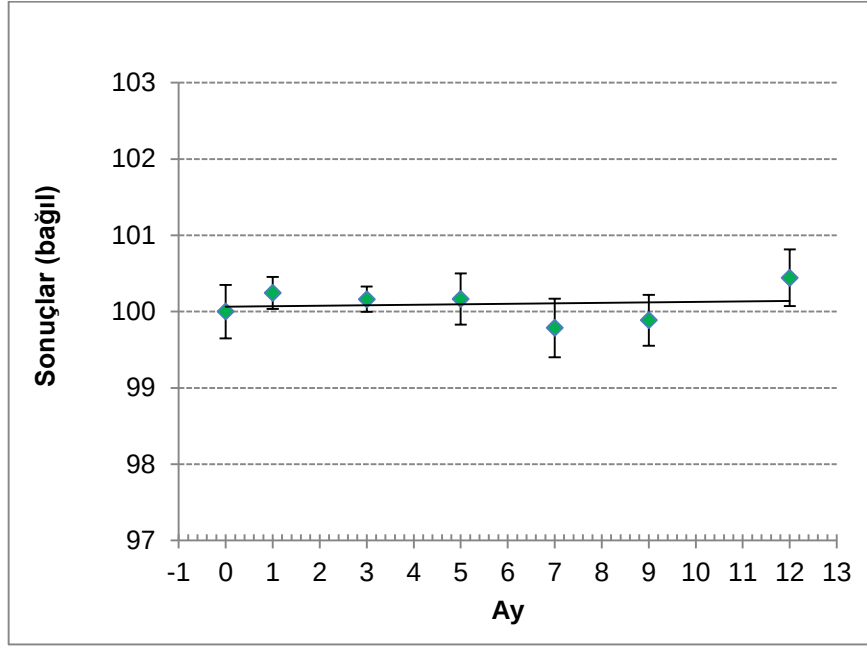
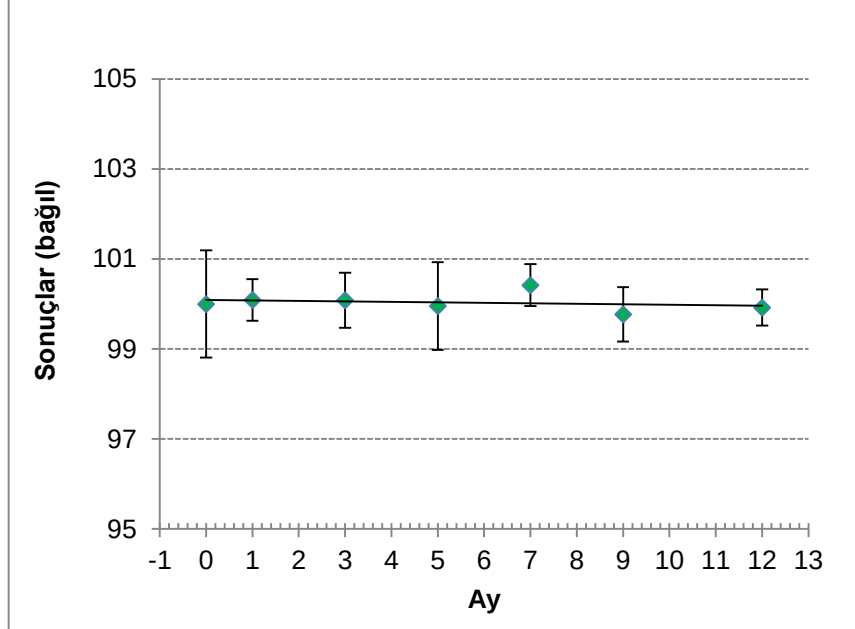
Şekil E27. Lignoserik asit 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

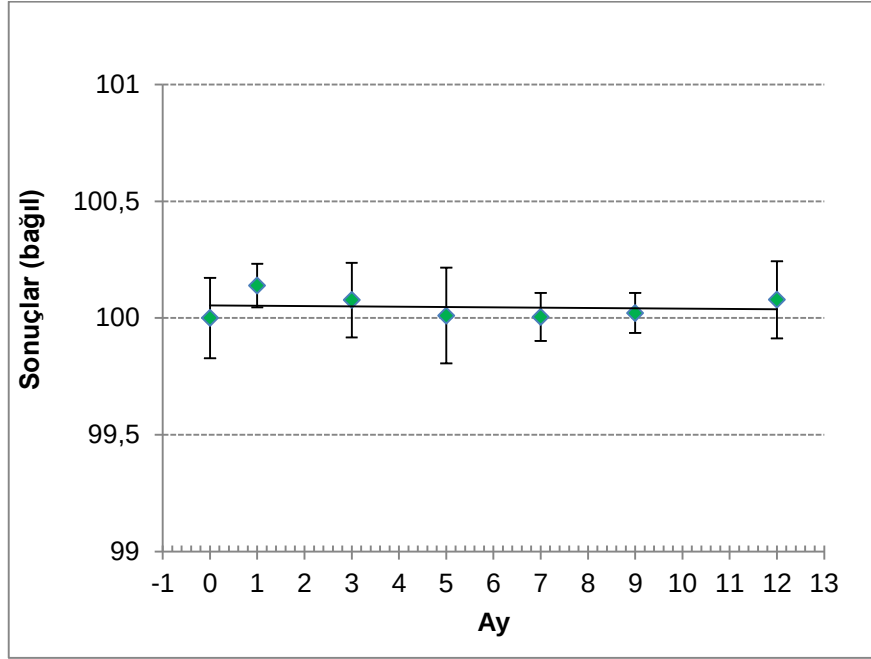
**Şekil E28.** Omega-3 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği**Şekil E29.** Omega-6 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği



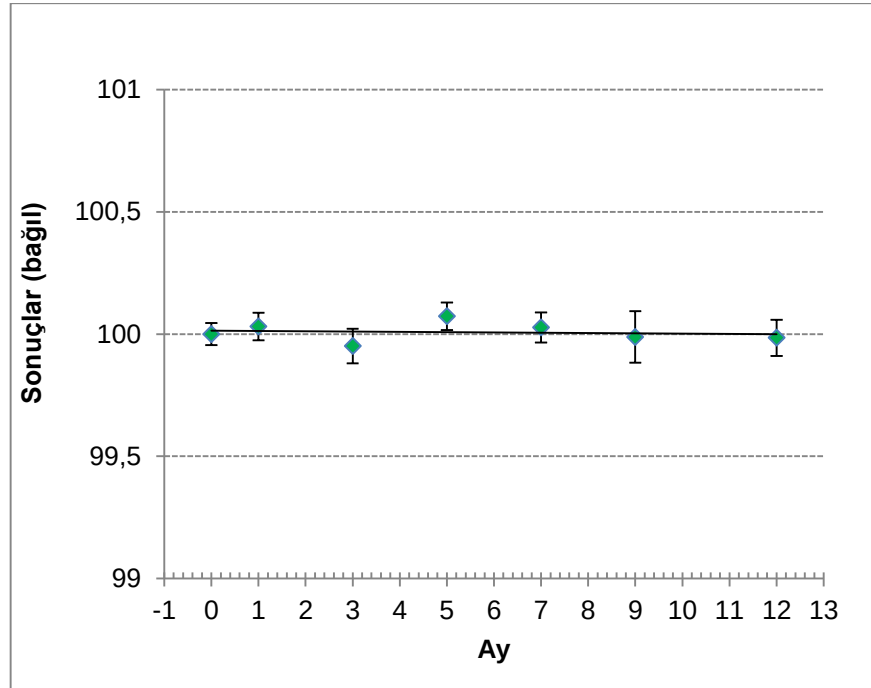
Şekil E30. Omega-9 45 °C kısa dönem kararlılık grafiği

EK 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışmasına ait Grafikler**Şekil E31.** Palmitik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği**Şekil E32.** Palmitoleik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği

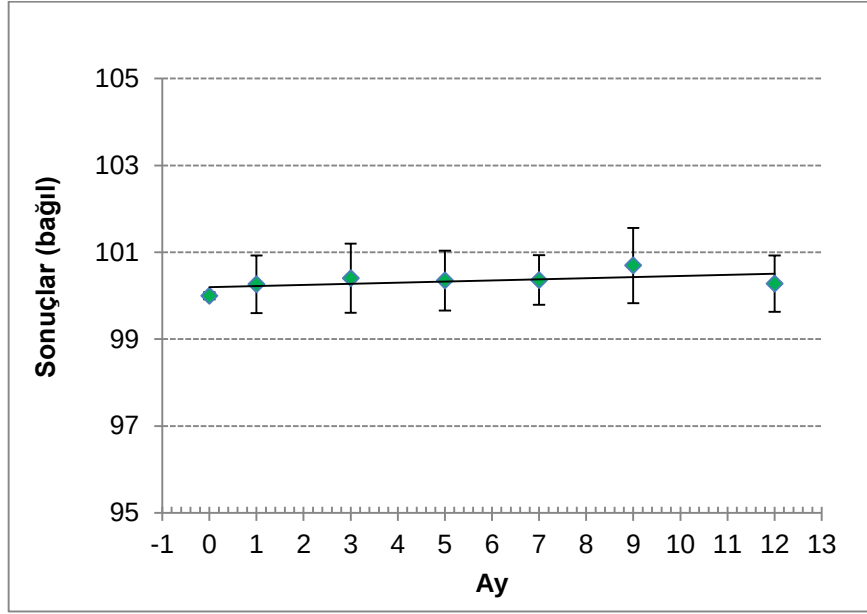
**Şekil E33.** Margarik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği**Şekil E34.** Margoleik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



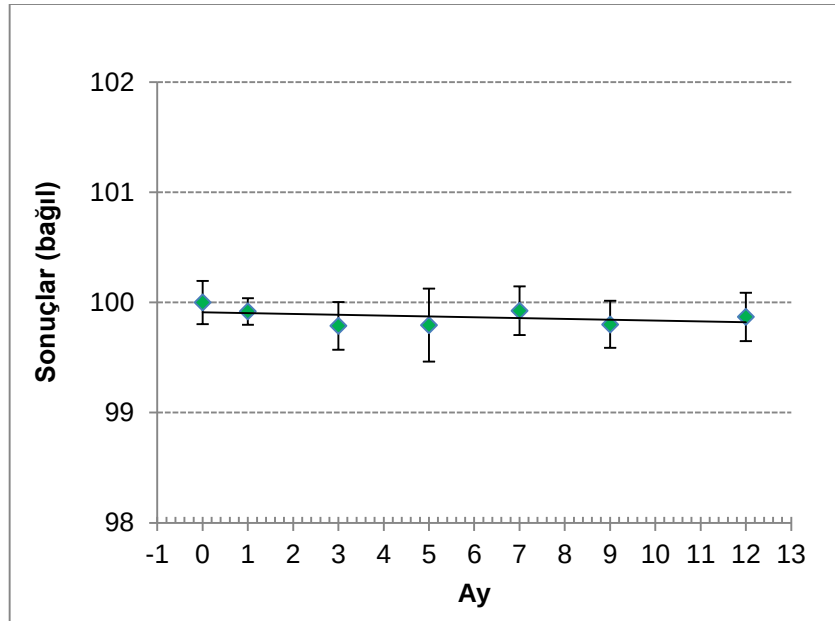
Şekil E35. Stearik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



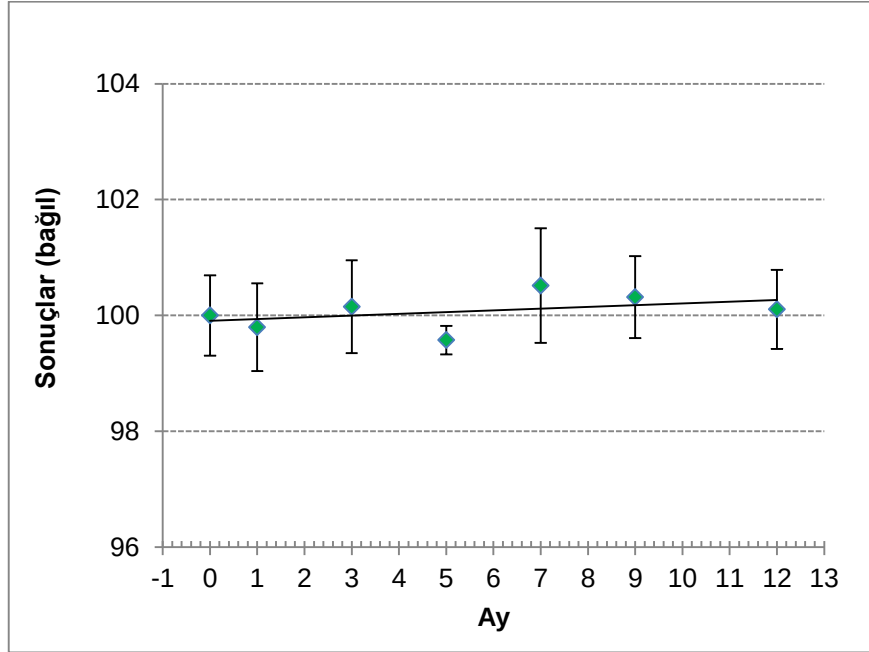
Şekil E36. Oleik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



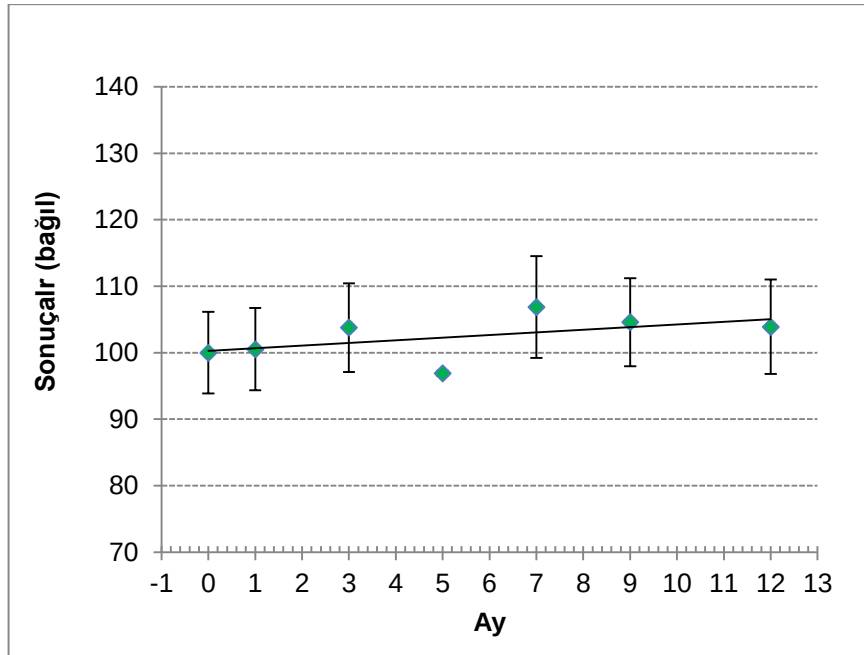
Şekil E37. Linoleik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



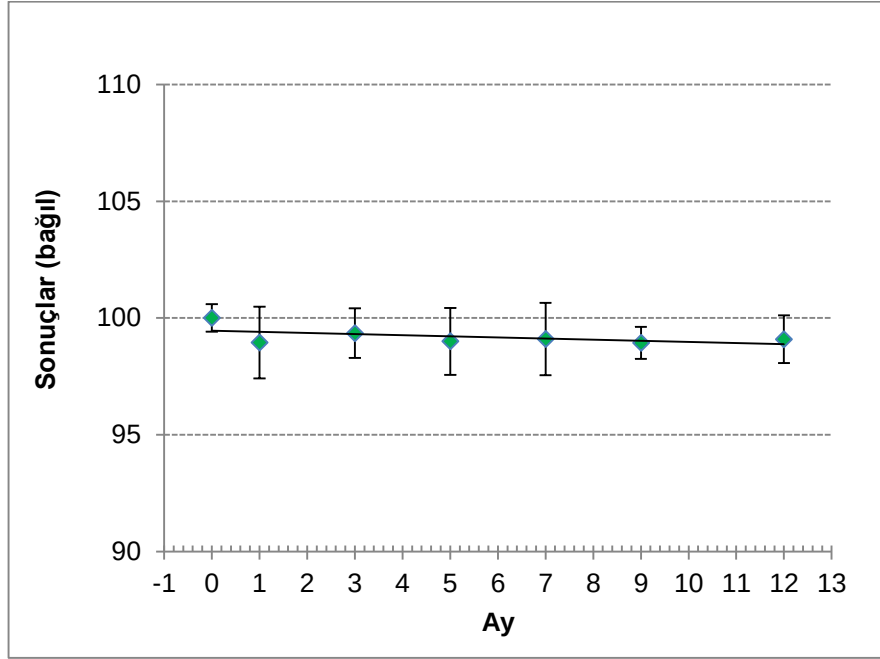
Şekil E38. Araşidik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



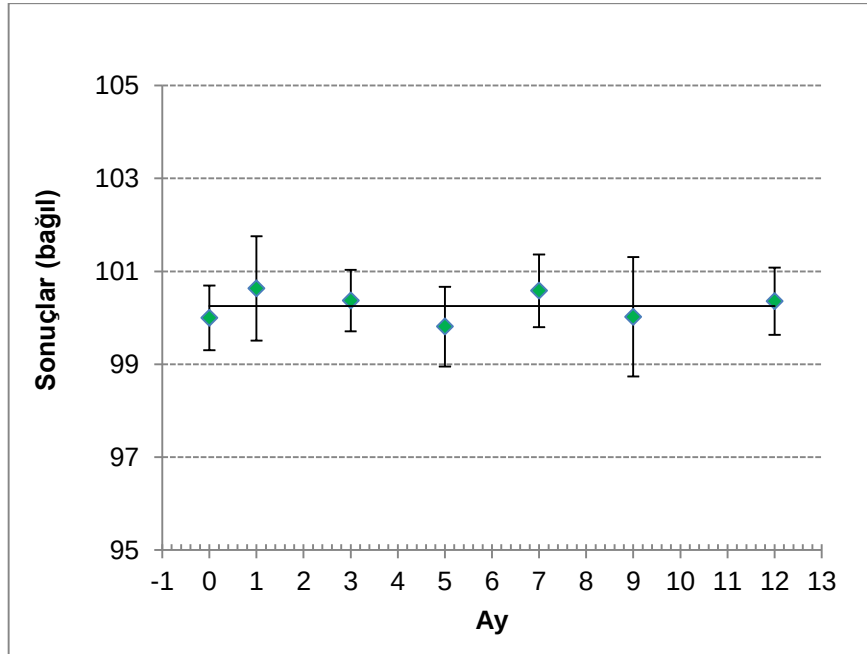
Şekil E39. α -Linolenik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



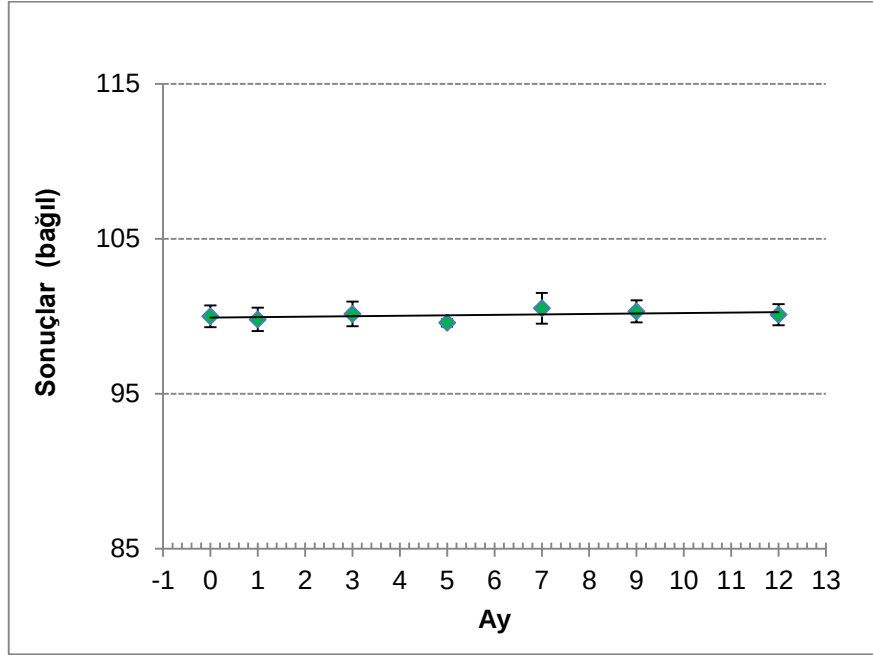
Şekil E40. Gadoleik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



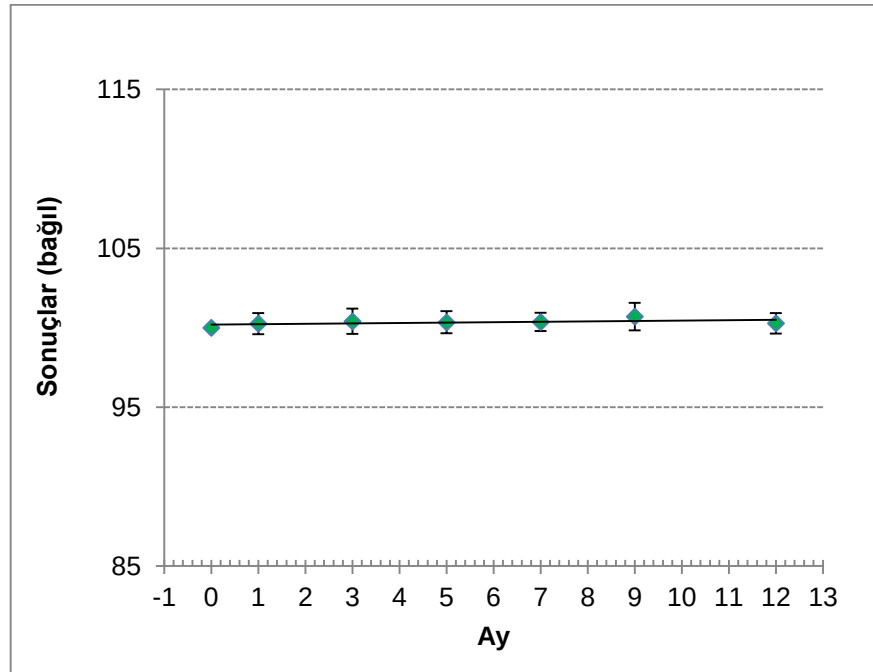
Şekil E41. Behenik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



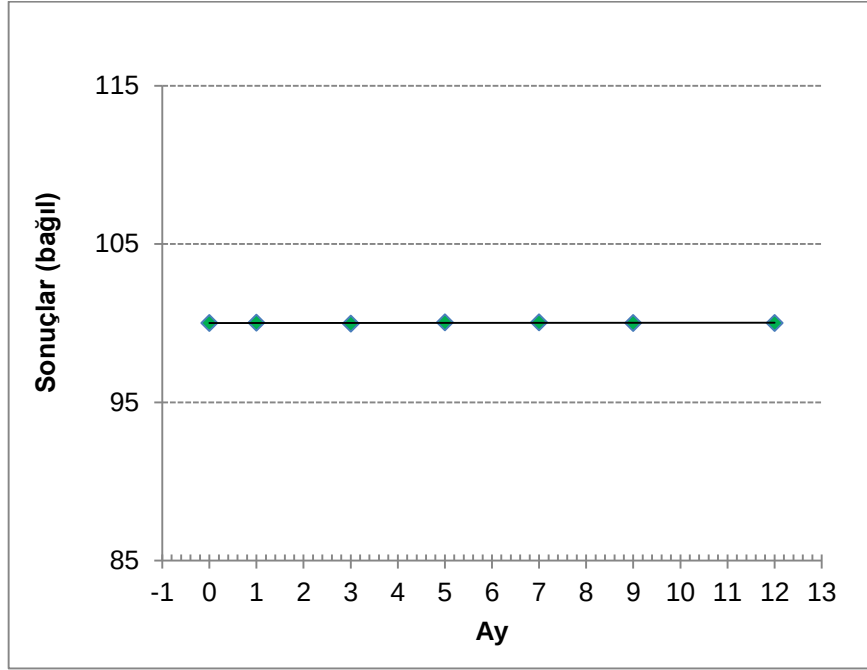
Şekil E42. Lignoserik asit 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



Şekil E43. Omega-3 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



Şekil E44. Omega-6 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği



Şekil E45. Omega-9 22 °C uzun dönem kararlılık grafiği

EK 4. Karakterizasyon Çalışması Verileri

Tablo E1. Laboratuvarların Karakterizasyon Verileri

Parametre g/100g (TS EN ISO 12966-1/2/4)				
Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Palmitik asit	Palmitoleik asit	Margarik asit	Margoleik asit
A&T Gıda	14,88* ± 0,15	1,10 ± 0,04	0,16 ± 0,01	0,28 ± 0,01
AYTB	14,75* ± 0,147	1,21 ± 0,012	0,17 ± 0,003	0,27 ± 0,005
Bursa Gıda Yem	14,52 ± 0,48	1,15 ± 0,11	0,14 ± 0,01	0,24 ± 0,01
BUTAL	14,32 ± 1,00	1,18 ± 0,26	0,16 ± 0,03	0,27 ± 0,01
Çanakkale Gıda	14,07 ± 0,14	1,18 ± 0,035	0,19 ± 0,017	0,26 ± 0,008
Gaziantep Ticaret Borsası	14,43 ± 0,19	1,19 ± 0,04	0,16 ± 0,01	0,27 ± 0,01
GDA Lab	9,78* ± 0,10	2,19 ± 0,15	0,32 ± 0,04	-
Isparta Gıda	15,12* ± 0,396	1,07 ± 0,13	0,15 ± 0,02	0,23 ± 0,04
İstanbul Gıda	14,72* ± 0,07	1,05 ± 0,11	0,14 ± 0,006	0,24 ± 0,01
Kalite Sistem	14,25 ± 0,86	1,18 ± 0,05	0,17 ± 0,01	0,28 ± 0,01
LTS Lab	14,76* ± 2,36	1,11 ± 0,18	0,17 ± 0,03	0,28 ± 0,04
Nanolab	14,47* ± 0,17	1,07 ± 0,02	0,15 ± 0,005	0,25 ± 0,005
Oxigen	14,24 ± 0,22	1,20 ± 0,06	0,16 ± 0,02	0,27 ± 0,03
Radix İstanbul	14,67* ± 0,08	1,04 ± 0,03	0,16 ± 0,003	-
Trabzon Gıda	13,92*±0,79	0,87 ± 0,18	0,13 ± 0,03	0,21 ± 0,06
TSE Gebze	14,33±0,25	-	0,15 ± 0,002	0,11 ± 0,002
Uzman Kalite	14,33±0,14	1,07 ± 0,01	0,17 ± 0,01	0,27 ± 0,03

“±” olarak ifade edilen değerler genişletilmiş ölçüm belirsizliği (k=2) değerleridir.

* İlgili parametre için gönderilen QC örneğinde elde edilen geri kazanım değeri, belirlenen kabul kriterleri dışında kalan laboratuvar sonuçları karakterizasyon hesaplamalarına dahil edilmemiştir.

Tablo E2. Laboratuvarların Karakterizasyon Verileri

Parametre (TS EN ISO 12966-1/2/4)				
Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Stearik asit	Oleik asit	Linoleik asit	Araşidik asit
A&T Gıda	2,93 ± 0,06	72,47 ± 0,58	6,33 ± 0,06	0,47 ± 0,01
AYTB	2,95 ± 0,029	2,95 ± 0,029	6,13 ± 0,061	0,49 ± 0,05
Bursa Gıda Yem	2,90 ± 0,28	73,17 ± 2,05	6,04 ± 0,08	0,46 ± 0,03
BUTAL	2,83 ± 0,12	72,45 ± 7,39	6,07 ± 0,27	0,47 ± 0,01
Çanakkale Gıda	2,85 ± 0,06	69,95* ± 0,14	5,93 ± 0,06	0,45 ± 0,013
Gaziantep Gıda	2,88 ± 0,02	72,97 ± 1,46	6,16 ± 0,04	0,48 ± 0,03
GDA Lab	2,88 ± 0,20	68,91* ± 3,45	11,84* ± 0,83	-
Isparta Gıda	2,90 ± 0,07	73,61 ± 0,74	5,61* ± 0,1	0,44 ± 0,07
İstanbul Gıda	3,06* ± 0,015	72,26 ± 2,89	5,99 ± 0,24	0,44 ± 0,013
Kalite Sistem	2,89 ± 0,17	73,15 ± 3,04	6,13 ± 0,64	0,45 ± 0,03
LTS Lab	2,86 ± 0,46	72,91 ± 11,67	6,15 ± 0,98	0,47 ± 0,08
Nanolab	2,94 ± 0,032	71,27 ± 0,41	6,00 ± 0,185	0,44 ± 0,02
Oxigen	2,84 ± 0,03	72,40 ± 0,24	6,11 ± 0,08	0,47 ± 0,03
Radix İstanbul	2,94 ± 0,022	73,12 ± 0,52	6,22 ± 0,09	0,47 ± 0,01
Trabzon Gıda	2,42* ± 0,12	75,45* ± 3,02	5,47* ± 0,23	0,44 ± 0,08
TSE Gebze	2,84 ± 0,02	70,32* ± 2,64	6,09 ± 0,73	0,46 ± 0,01
Uzman Kalite	2,90 ± 0,03	72,78 ± 0,49	5,94 ± 0,13	0,48 ± 0,01

“±” olarak ifade edilen değerler genişletilmiş ölçüm belirsizliği ($k=2$) değerleridir.

* İlgili parametre için gönderilen QC örneğinde elde edilen geri kazanım değeri, belirlenen kabul kriterleri dışında kalan laboratuvar sonuçları karakterizasyon hesaplamalarına dahil edilmemiştir.

Tablo E3. Laboratuvarların Karakterizasyon Verileri

Parametre (TS EN ISO 12966-1/2/4)				
Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	α -Linolenik asit	Gadoleik asit	Behenik asit	Lignoserik asit
A&T Gıda	0,86 $\pm$ 0,12	0,29 $\pm$ 0,03	0,12 $\pm$ 0,02	0,12 $\pm$ 0,01
AYTB	0,85 $\pm$ 0,017	0,29 $\pm$ 0,003	0,14 $\pm$ 0,003	0,09 $\pm$ 0,002
Bursa Gıda Yem	0,78* $\pm$ 0,05	0,26 $\pm$ 0,01	0,12 $\pm$ 0,01	0,08 $\pm$ 0,01
BUTAL	0,83 $\pm$ 0,02	0,29 $\pm$ 0,03	0,13 $\pm$ 0,01	0,08 $\pm$ 0,01
Çanakkale Gıda	0,85 $\pm$ 0,03	0,25 $\pm$ 0,01	0,06 $\pm$ 0,01	-
Gaziantep Ticaret Borsası	0,92* $\pm$ 0,01	0,29 $\pm$ 0,01	0,13 $\pm$ 0,01	0,08 $\pm$ 0,01
GDA Lab	-	0,49 $\pm$ 0,06	-	-
Isparta Gıda	0,53* $\pm$ 0,083	0,19 $\pm$ 0,03	0,11 $\pm$ 0,02	0,04 $\pm$ 0,01
İstanbul Gıda	0,67* $\pm$ 0,03	0,40 $\pm$ 0,03	0,12 $\pm$ 0,002	0,08 $\pm$ 0,003
Kalite Sistem	0,86 $\pm$ 0,05	0,29 $\pm$ 0,01	0,12 $\pm$ 0,01	0,04 $\pm$ 0,003
LTS Lab	0,87 $\pm$ 0,14	0,29 $\pm$ 0,05	0,13 $\pm$ 0,02	-
Nanolab	0,82 $\pm$ 0,03	0,25 $\pm$ 0,01	0,12 $\pm$ 0,01	0,07 $\pm$ 0,002
Oxigen	0,84 $\pm$ 0,03	0,31 $\pm$ 0,03	-	-
Radix İstanbul	0,78* $\pm$ 0,03	0,38 $\pm$ 0,02	0,13 $\pm$ 0,007	-
Trabzon Gıda	0,67* $\pm$ 0,16	0,23 $\pm$ 0,06	0,11 $\pm$ 0,04	0,07 $\pm$ 0,02
TSE Gebze	0,26* $\pm$ 0,01	0,12 $\pm$ 0,004	-	-
Uzman Kalite	0,80* $\pm$ 0,02	0,28 $\pm$ 0,02	0,13 $\pm$ 0,01	0,08 $\pm$ 0,003

“ $\pm$ ” olarak ifade edilen değerler genişletilmiş ölçüm belirsizliği ($k=2$) değerleridir.

* İlgili parametre için gönderilen QC örneğinde elde edilen geri kazanım değeri, belirlenen kabul kriterleri dışında kalan laboratuvar sonuçları karakterizasyon hesaplamalarına dahil edilmemiştir.

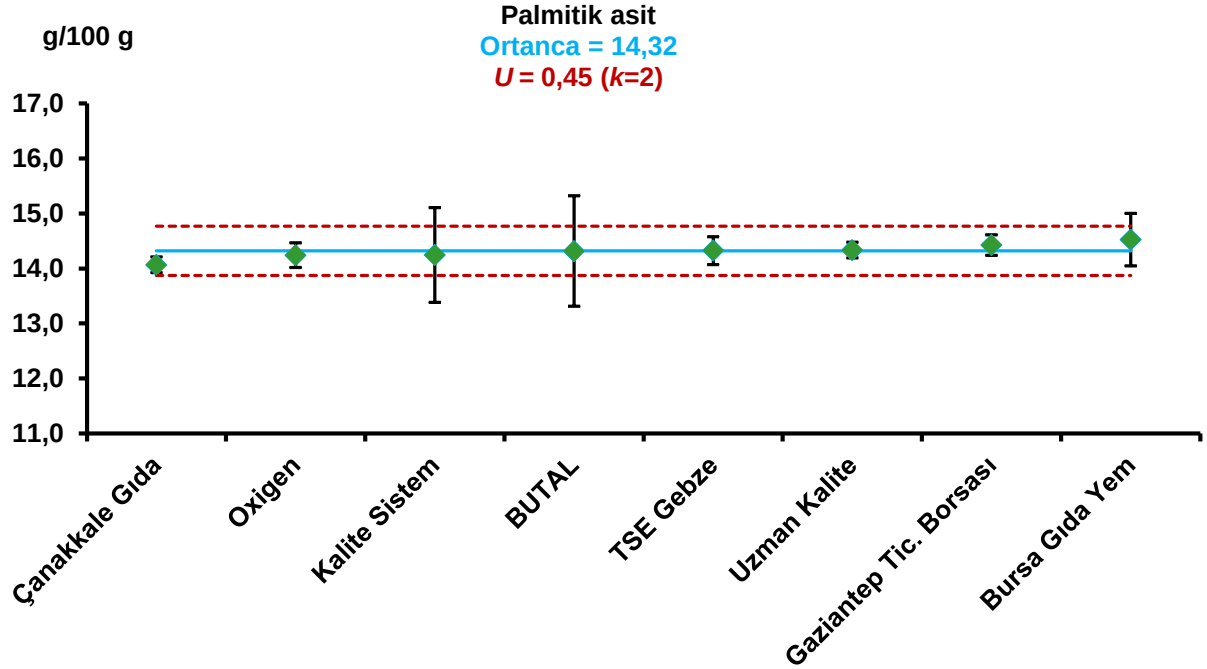
Tablo E4. Laboratuvarların Karakterizasyon Verileri

Parametre (TS EN ISO 12966-1/2/4)			
Laboratuvar (Alfabetik Sıra)	Omega-3	Omega-6	Omega-9
A&T Gıda	0,86 ± 0,12	6,33 ± 0,06	72,76 ± 0,58
AYTB	0,85 ± 0,02	6,15 ± 0,06	72,91 ± 0,73
Bursa Gıda ve Yem	0,80* ± 0,05	6,04 ± 0,08	73,45 ± 2,05
BUTAL	0,85 ± 0,02	6,07 ± 0,27	72,74 ± 7,39
Çanakkale Gıda	3,59* ± 0,03	7,12 ± 0,06	70,20* ± 0,14
Gaziantep Ticaret Borsası	0,92* ± 0,01	6,18 ± 0,04	73,27 ± 1,46
GDA Lab	-	13,54* ± 0,85	69,40* ± 3,45
Isparta Gıda	0,53* ± 0,08	5,61* ± 0,10	73,80 ± 0,74
İstanbul Gıda	0,67* ± 0,03	6,75 ± 0,27	72,66 ± 2,91
Kalite Sistem	0,86 ± 0,05	6,22 ± 0,37	73,53 ± 3,04
LTS Lab	0,87 ± 0,14	6,15 ± 0,98	73,20 ± 11,71
Nanolab	0,82 ± 0,03	6,00 ± 0,18	71,55 ± 0,41
Oxigen	0,84 ± 0,03	7,04 ± 0,17	72,73 ± 0,24
Radix İstanbul	0,87* ± 0,03	6,22 ± 0,10	73,50 ± 0,52
Trabzon Gıda	0,67* ± 0,16	5,47* ± 0,23	75,69* ± 3,02
TSE Gebze	0,26* ± 0,01	6,09 ± 0,73	70,44* ± 2,64
Uzman Kalite	0,80* ± 0,02	5,94 ± 0,13	73,06 ± 0,49

“±” olarak ifade edilen değerler genişletilmiş ölçüm belirsizliği ($k=2$) değerleridir.

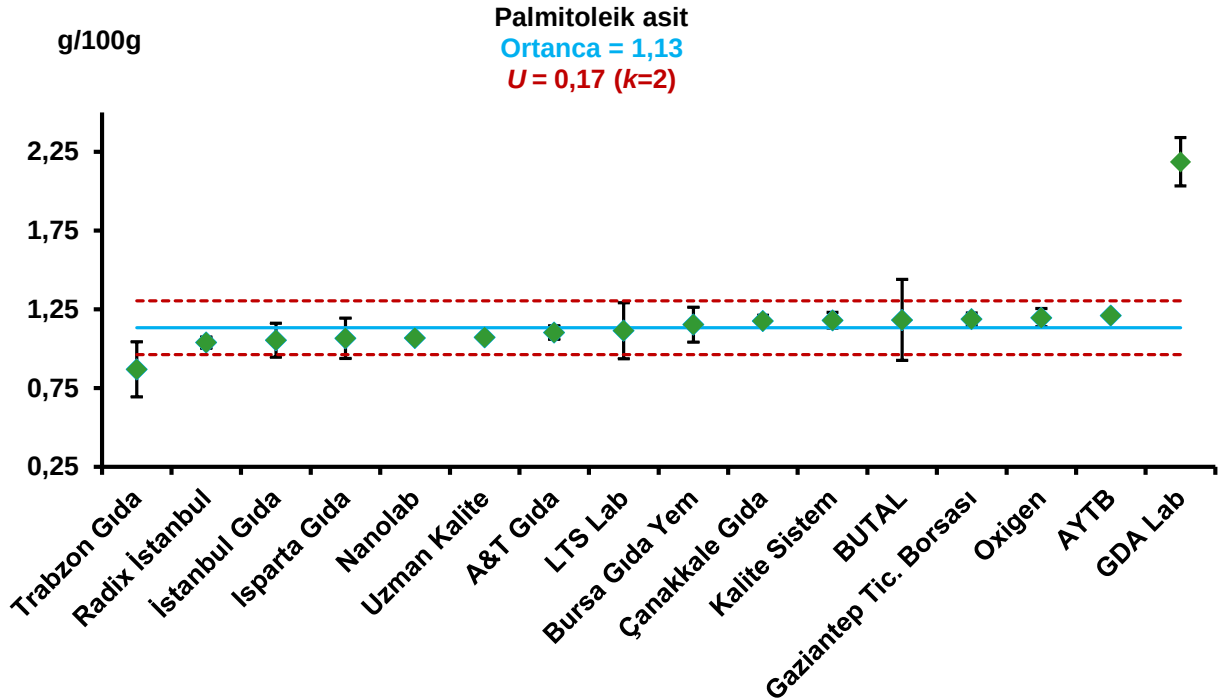
* İlgili parametre için gönderilen QC örneğinde elde edilen geri kazanım değeri, belirlenen kabul kriterleri dışında kalan laboratuvar sonuçları karakterizasyon hesaplamalarına dahil edilmemiştir.

EK 5. Karakterizasyon Çalışmasına ait Grafikler



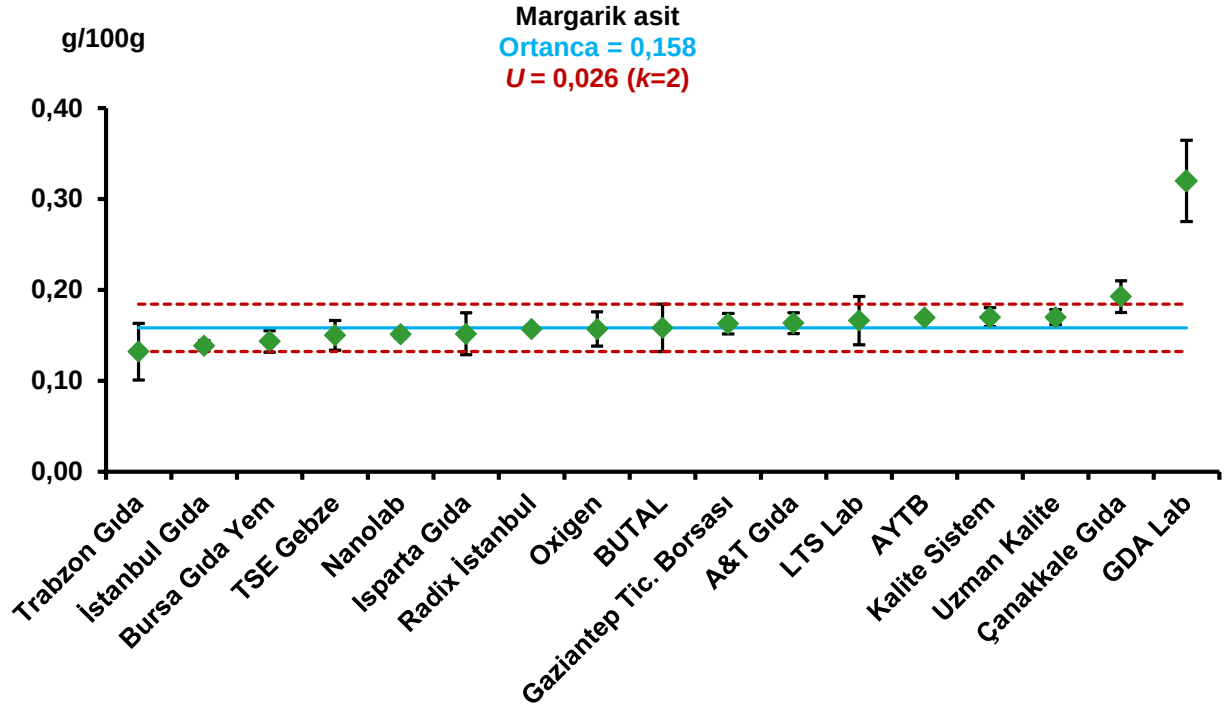
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E46. Palmitik asit karakterizasyon grafiği



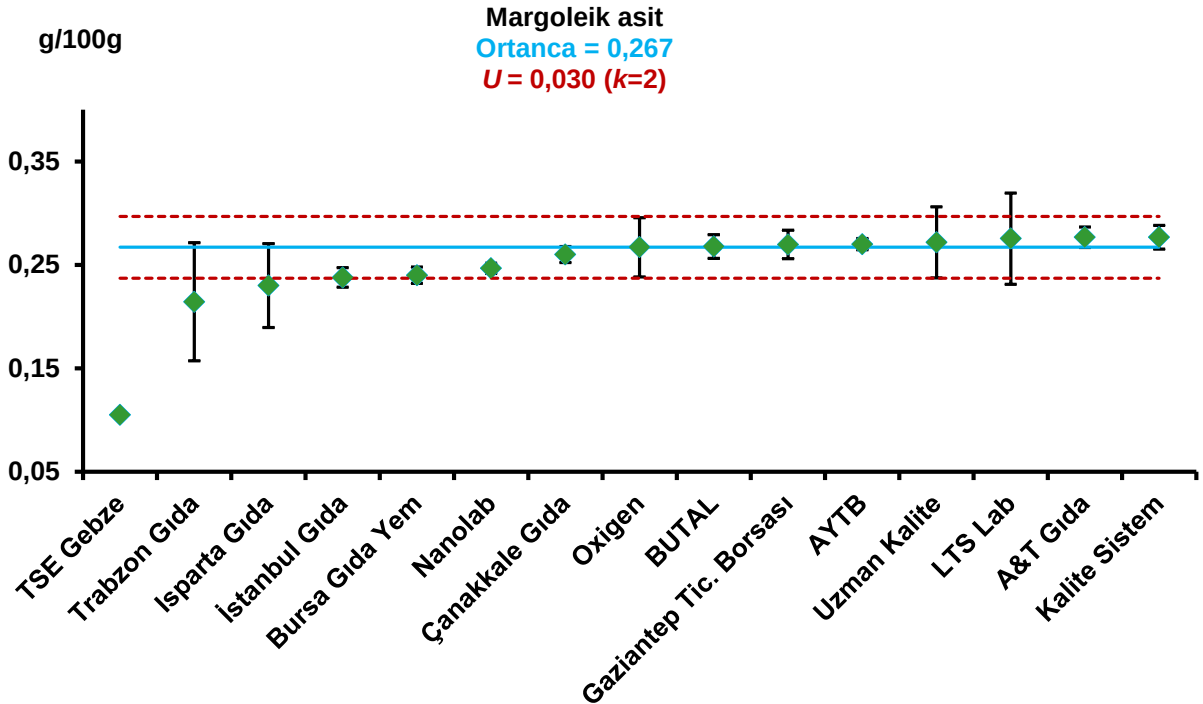
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E47. Palmitoleik asit karakterizasyon grafiği



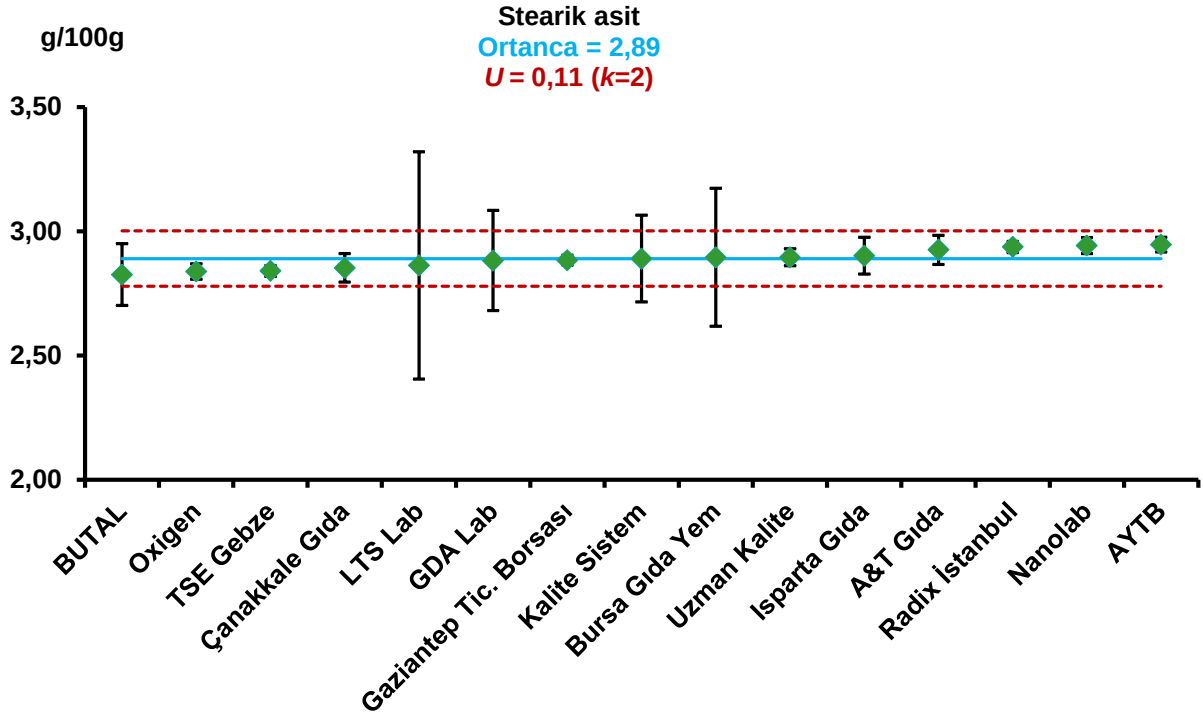
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E48. Margarik asit karakterizasyon grafiği



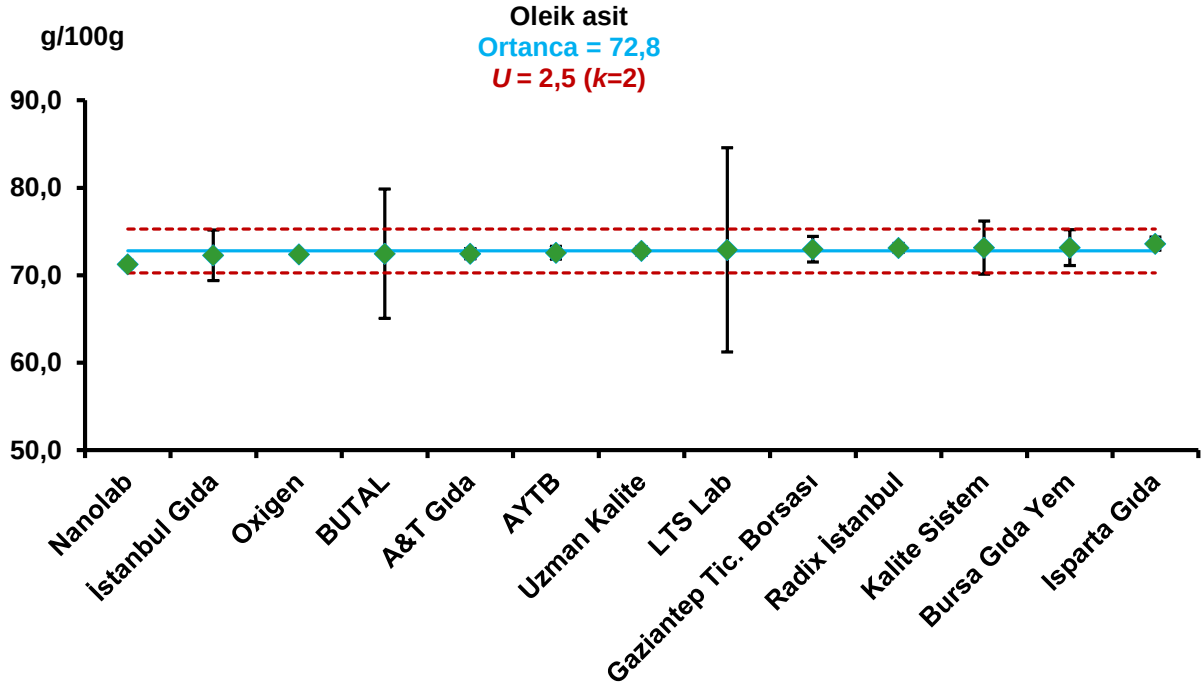
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E49. Margoleik asit karakterizasyon grafiği



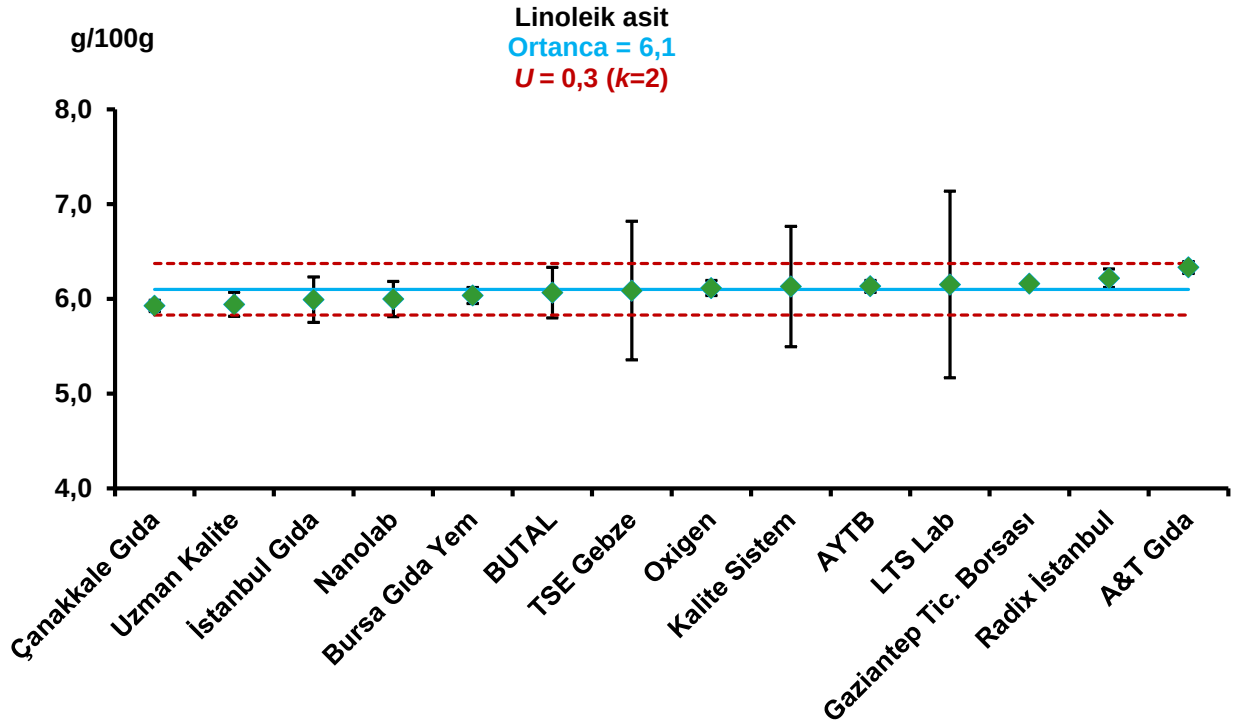
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E50. Stearik asit karakterizasyon grafiği



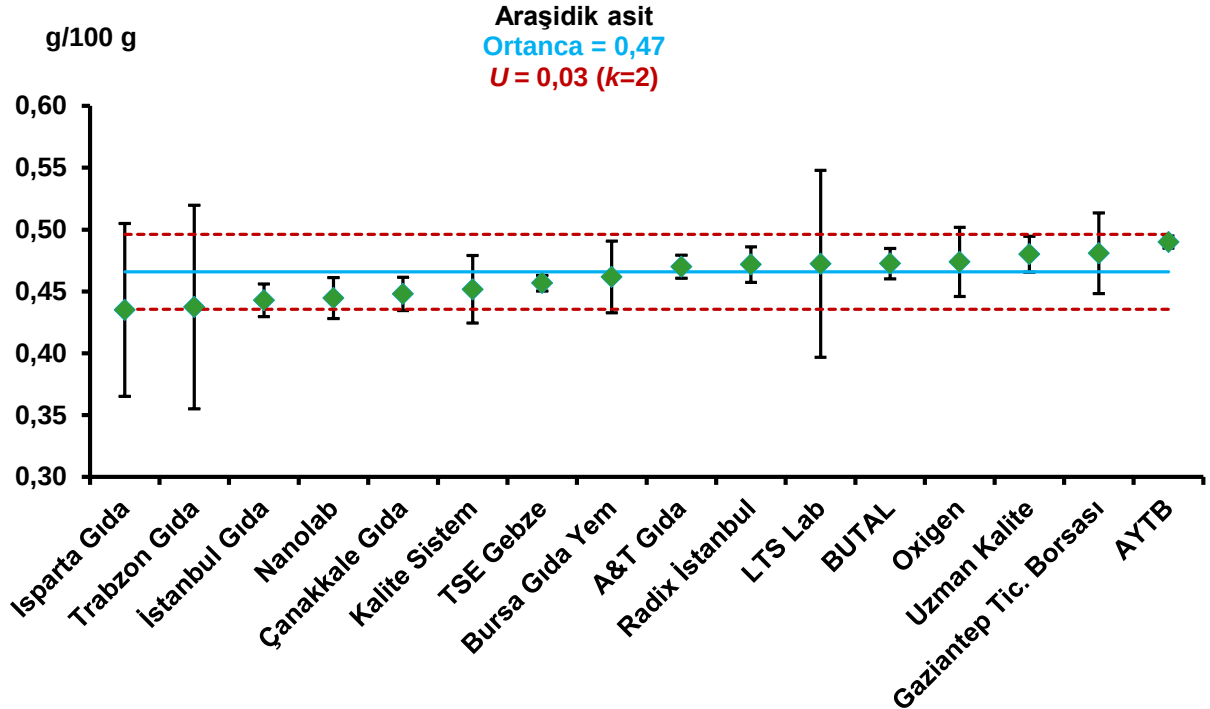
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E51. Oleik asit karakterizasyon grafiği



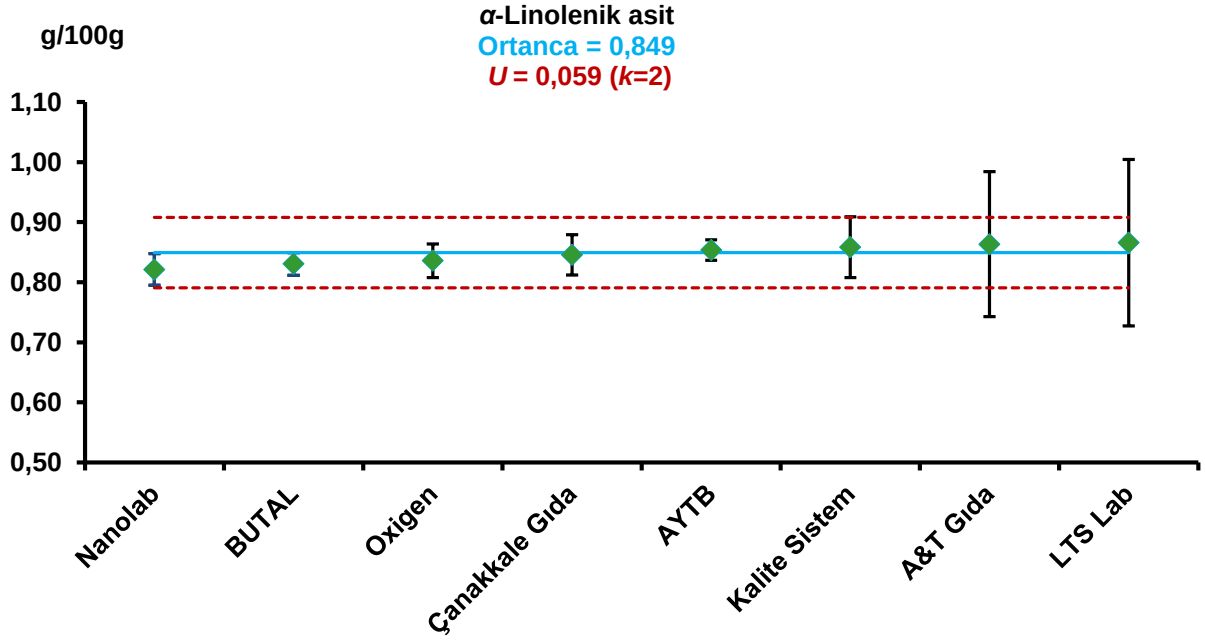
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E52. Linoleik asit karakterizasyon grafiği



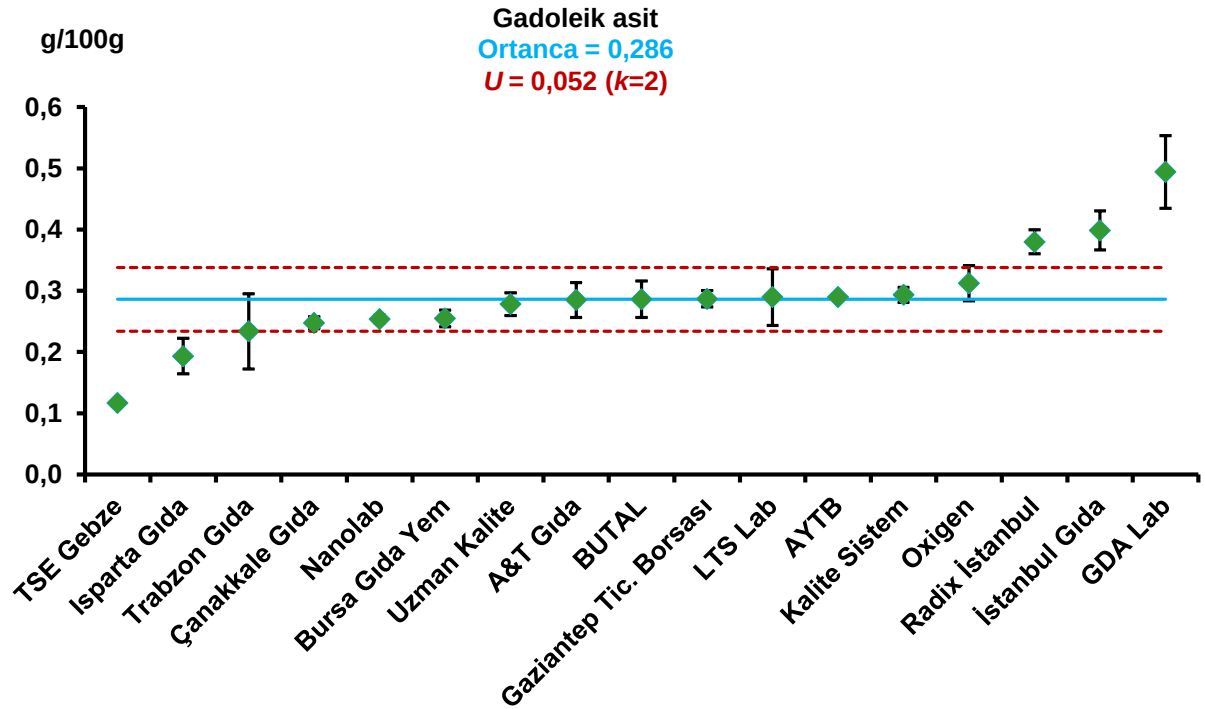
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E53. Araşidik asit karakterizasyon grafiği



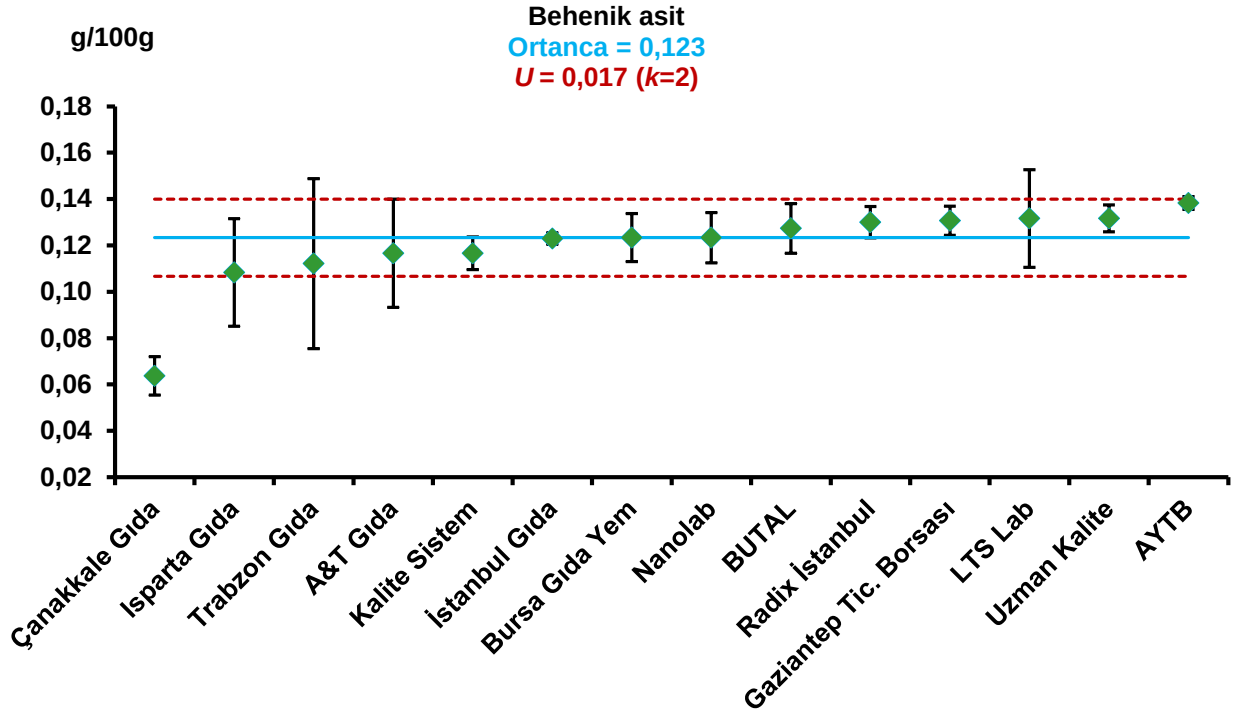
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E54. α -Linolenik asit karakterizasyon grafiği



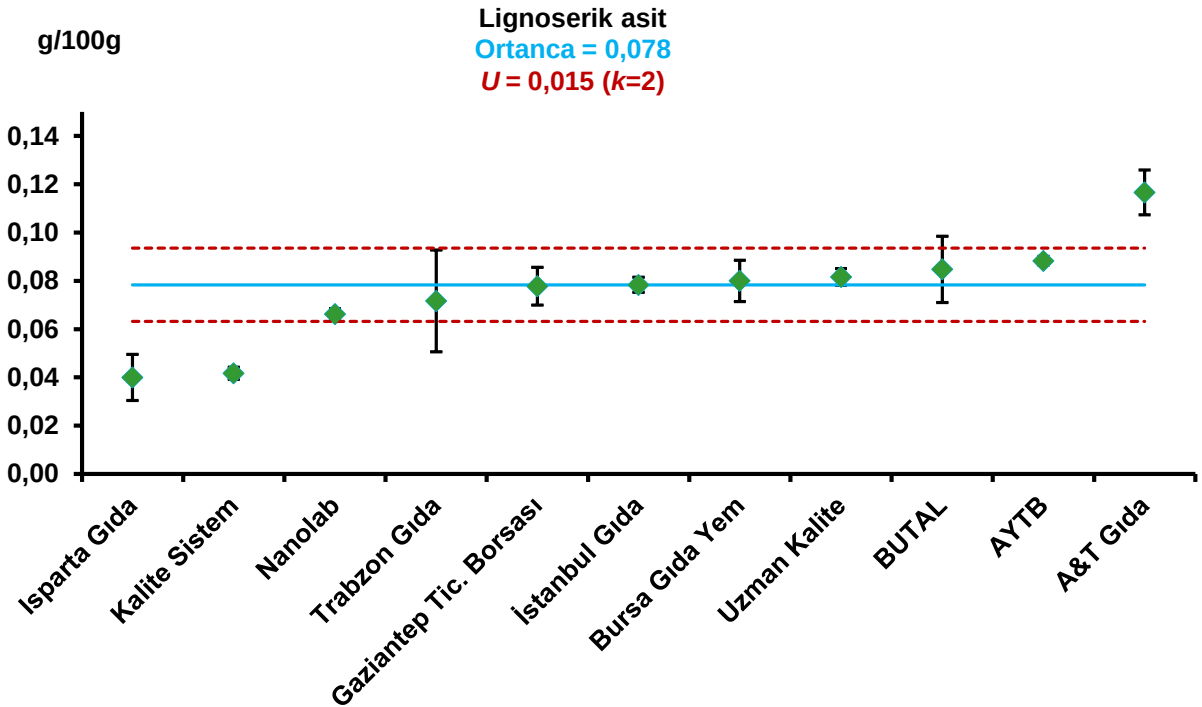
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E55. Gadoleik asit karakterizasyon grafiği



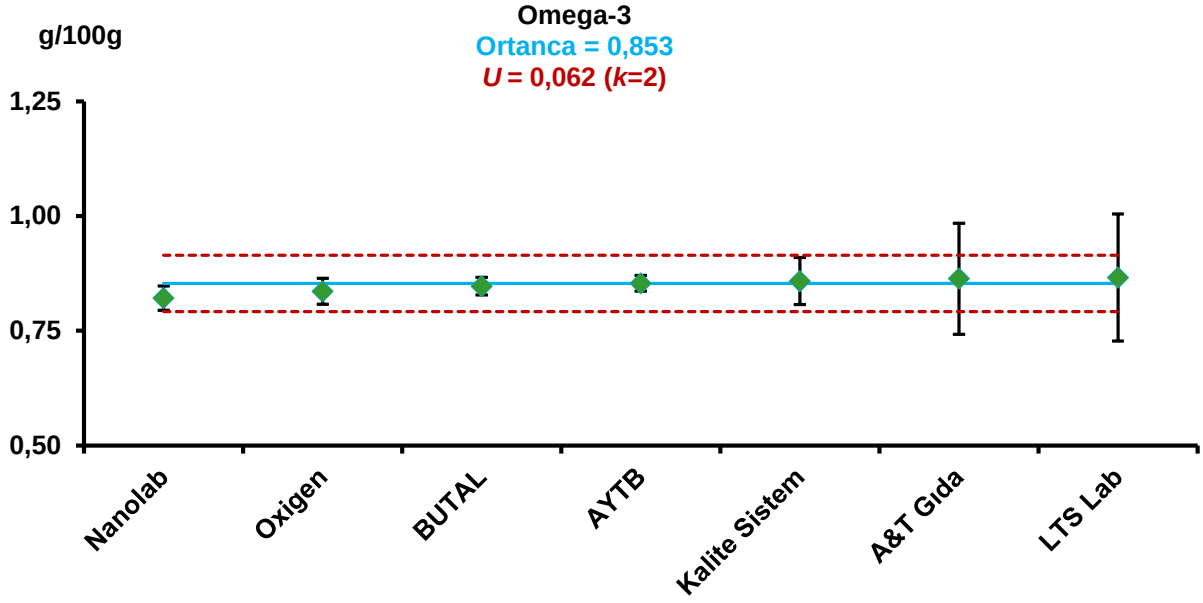
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E56. Behenik asit karakterizasyon grafiği



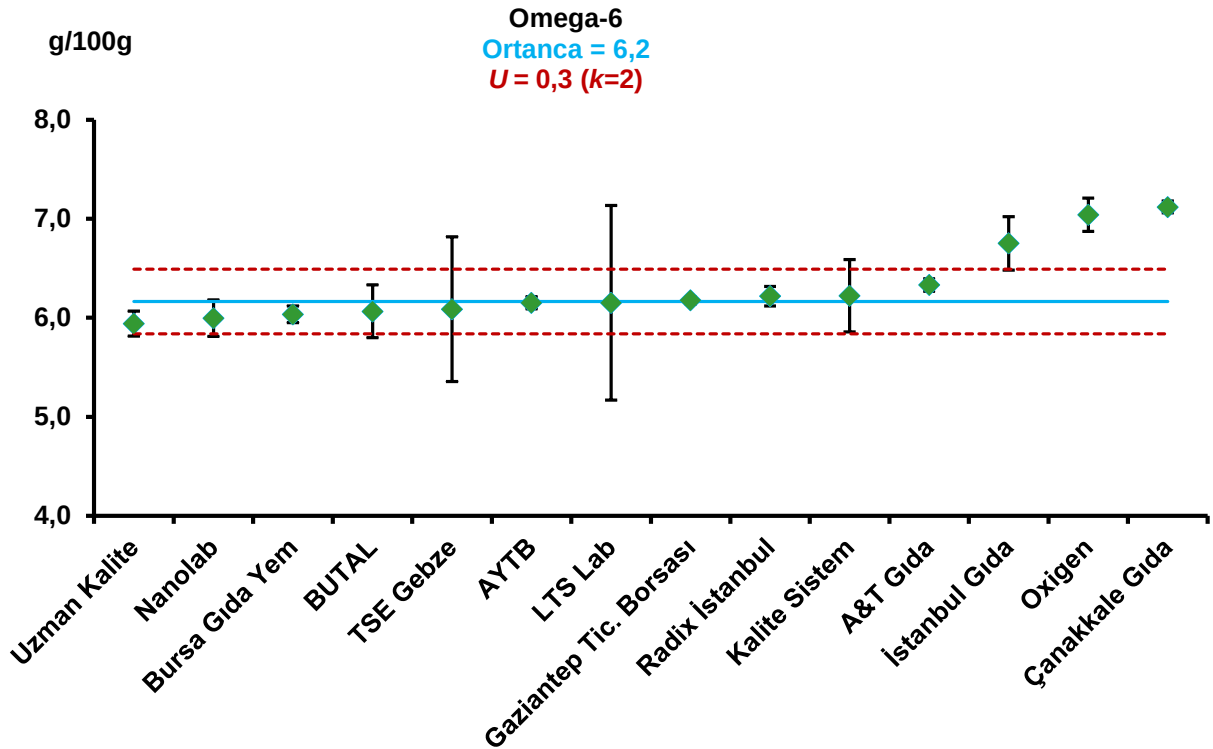
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E57. Lignoserik asit karakterizasyon grafiği



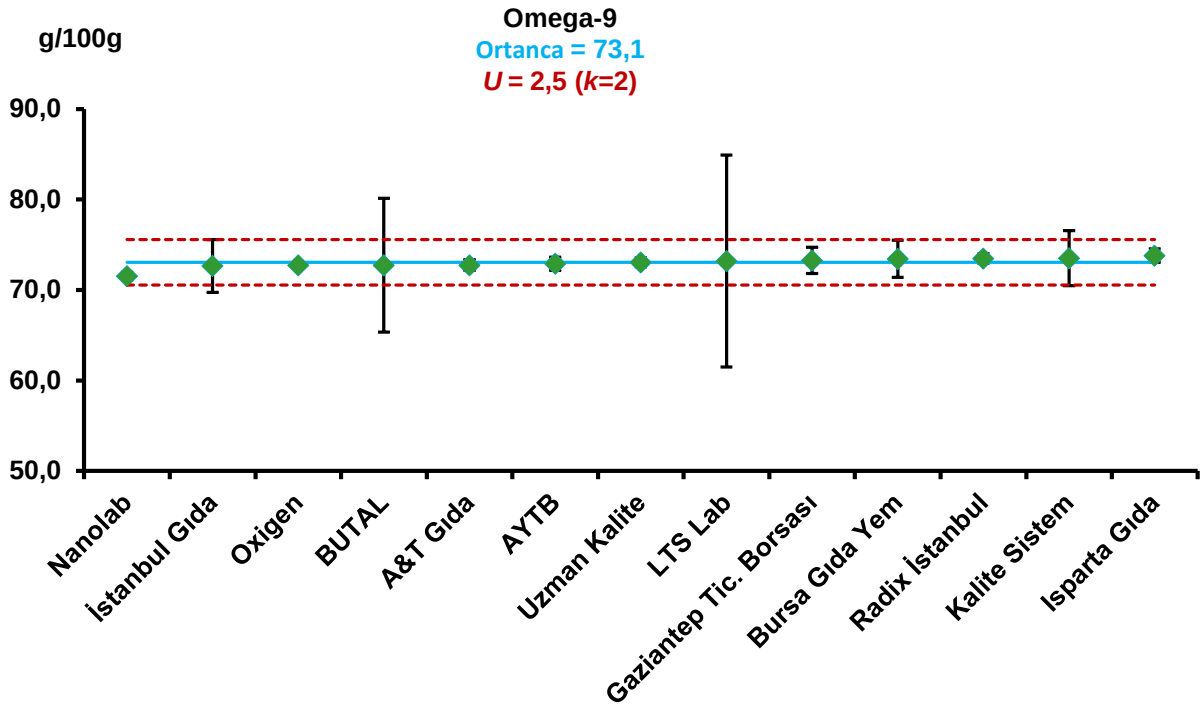
± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E58. Omega-3 karakterizasyon grafiği



± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E59. Omega-6 karakterizasyon grafiği



± Hata Çizgileri: Laboratuvarlarca bildirilen genişletilmiş belirsizlik değerleridir.

Şekil E60. Omega-9 karakterizasyon grafiği