

Süt Teknolojisinde Metot Validasyonu ve Uygulamaları

A. Demet Karaman*, A.Sibel Akalın

Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Süt Teknolojisi Bölümü, Bornova, İzmir
*demetkaraman@gmail.com

Özet

Kalite, bir ürünün emsallerine göre değerini arttıran herhangi bir faktör olarak da tanımlanabilir. Kalite ve kalitenin sürekliliği için yapılan işlemler günümüzde her üretim sürecinin vazgeçilmez unsurlarından birisi olmuştur. Kalite kontrolüne zemin hazırlayan her türlü sonuca, laboratuvarlardan elde edilen bilgiler yardımıyla ulaşılır. Bu nedenle kalite kontrol laboratuvarlarından elde edilen rutin analiz sonuçlarının sürekli olarak izlenmesi, laboratuvarın göstermiş olduğu performansın, toplam kalitenin ve uygulanan kalite kontrol sürecinin devamlılığı açısından son derece önemlidir. Elde edilen rutin analiz sonuçların belirli bir dönem içerisinde hiçbir şüphe ve riskli muhakemeye yol açmayacak şekilde görsel olarak değerlendirilmesi, denetlenmesi ve gerekiyorsa derhal müdahale edilmesi gerekmektedir. Bu denetleme mekanizmasının kurulması, üretilen analitik sonuçlar ve ürünlerde hedef ölçütlere ulaşma kararlılığının da bir göstergesi olacaktır. Bu hedef ve göstergelerin geçerliliğinde, validasyon laboratuvarın izlenebilirliğinde ve akreditasyonda önemli bir kriterdir. Validasyon, genel olarak sistem performansının belirlenen koşullara uygun olduğunu göstermek için yapılan test ve ölçme işlemleridir. Cihaz veya metot validasyonu ise bir cihaz ya da metodun ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır. Çalışmamız kapsamında süt teknolojisi laboratuvarlarında validasyonun ve özellikle cihaz veya metot validasyonunun, önemi ve niteliği, validasyon parametreleri ve yöntemleri açısından ortaya konulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Süt teknolojisi, Metot validasyonu, Kalite

Giriş

Kalite ve kalitenin sürekliliği için yapılan işlemler günümüzde her üretim sürecinin vazgeçilmez unsurlarından birisi olmuştur. Kalite kontrolüne zemin hazırlayan her türlü sonuca, laboratuvarlardan elde edilen bilgiler yardımıyla ulaşılır. Bu nedenle kalite kontrol laboratuvarlarından elde edilen rutin analiz sonuçlarının sürekli olarak izlenmesi, laboratuvarın göstermiş olduğu performansın, toplam kalitenin ve uygulanan kalite kontrol sürecinin devamlılığı açısından son derece önemlidir. Elde edilen rutin sonuçların belirli bir dönem içerisinde hiçbir şüphe ve riskli muhakemeye yol açmayacak şekilde görsel olarak değerlendirilmesi, denetlenmesi

ve gerekiyorsa derhal müdahale edilmesi gerekmektedir. Bu denetleme mekanizmasının kurulması, üretilen analitik sonuçlar ve ürünlerde hedef ölçütlere ulaşma kararlılığının da bir göstergesi olacaktır (1).

Validasyon Nedir?

Yapılan her ölçüm hataya açıktır. Ölçüm sırasında karşılaşılan hataların bir bölümü rastlantısal hatalardır (değişkenlerdir). Bunları, laboratuvar ortamı için sayacak olursak, sıcaklık değişimleri, hava basıncı değişimleri, ölçüm yapan elemanın performansı gibi etkenlere bağlıdır. Aynı örnekte yapılan tekrarlanan ölçümlerle bu tür rastgele etkenlerin değişkenliği saptanabilir. Ölçüm sırasında karşılaşılan diğer hatalarsa sistematik değişkenlerden kaynaklanır. Bunlar kalibrasyon değişiklikleri, cihaz bozukluğu, kalibrasyonda kullanılan standartların değişikliği, yanlış deney prosedürleri, yanlış hazırlanmış ayraçlar gibi etkenlerden kaynaklanır. Dolayısıyla, ölçüm belirsizliği saptanıp ölçümle birlikte verildiğinde, elde edilen ölçüm değerinin hangi sınırlar içinde yer alacağını ve güven düzeyini yansıtır (2, 3). ISO/IEC 17025: 1999 standardı (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories), ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesi ve rapor edilmesi ile ilgili gereklilikleri vermektedir. Bu gereklilikler, ilgilenilen teknik alanın özelliklerine ve ölçümün kalibrasyon ya da test oluşuna göre değişmektedir. Test ve kalibrasyon laboratuvarları, bir kalite sistemine göre çalıştıklarını, teknik olarak yaptıkları iş için yetkin olduklarını ve geçerli sonuçlar verdiklerini göstermek için bu gereklilikleri yerine getirmelidir. Kalibrasyon laboratuvarlarında kalibrasyon işlemlerinde kullanılan referans cihazların belirsizliği, kullanılan ulusal ya da uluslararası standartlar belirlenmelidir. Test laboratuvarlarında, çalışılan her bir parametre için ölçüm belirsizliği belirlenmiş olmalıdır. Buna bağlı olarak test laboratuvarında kullanılan bir cihazın metodun veya ölçüm sisteminin belirlenen amaca uygun olduğunun test edilerek yazılı kayıtlarla onaylanmasıdır. Metot validasyonu ise bir metodun veya ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır (4, 5, 6).

Metot Validasyonu Uygulamaları ve Parametreleri

Metot validasyonu, çeşitli alanlarda birçok karar yapılan kimyasal ölçümlerin sonucuna dayanılarak karar verilmesini, doğru karar verebilmek için analitik ölçüm sonucunun doğru ve güvenilir (tekrarlanabilir) olmasını sağlar. Bu nedenle metodun ölçüm sonucuna etki eden parametreleri tek tek ölçülerek ölçüm sonucuna etkileri belirlenmeli ve ölçülmelidir. Metot validasyonu, herhangi bir metot bir laboratuvarında ilk defa uygulanacağı zaman, bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman, kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman, valide edilmiş bir metot başka bir laboratuvarında kullanılacağı zaman veya farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı zaman, iki metodu karşılaştırmak ve kalite kontrol testleri

sonunda metodun performansında zamanla bir değişme olduğu anlaşıldığında uygulanmalıdır.

Aynı zamanda metod validasyonu oluşturulurken; Validasyon protokolu hazırlanır. Metodun uygulama amacı, kapsamı ve performans parametreleri ile kriterleri belirlenir. Validasyon deneyleri tanımlanır. Kullanılacak cihazların performansının metod için yeterli olup olmadığı doğrulanır. Kullanılacak maddelerin (kimyasal, standartlar) kalitesi belirlenir. Validasyonu yapılacak metod performans parametreleri metodun uygulama amacına ve kapsamına bağlı olarak belirlenir. Metod validasyonuna başlamadan önce kullanılacak cihazın performansının test edilmesi ve uygunluğunun saptanması da gerekir.

Doğruluk: Bir ölçüm cihazının veya metodun ölçüm sonucunun gerçek değere ve biri birlerine yakınlığı ifade etmek için kullanılır. Doğruluk niteleyici bir kavramdır ve rakamsal olarak verilmemelidir. Doğruluğun iki bileşeni vardır.

Gerçeklik: Gerçek değere yakınlığın ölçüsüdür. Bir metodun sistematik hatası (bias) doğruluğun gerçeklik bileşenini oluşturur,

Sistematik Hata: Sistematik hata gerçek değere yakınlığın ölçüsüdür. Mutlak hata veya rölatif (% hata) olarak ifade edilir.

Kesinlik: Ölçüm sonuçlarının biri birlerine yakınlığının ölçüsüdür ve ölçüm sonuçlarının ortalama değer etrafındaki dağılımını gösterir. Kesinlik standart sapma veya % RSD olarak ifade edilir.

Tekrarlanabilirlik: Bir metodun; aynı laboratuarda, aynı cihazla, aynı kişi tarafından, kısa zaman aralığında yaptığı ölçüm sonuçlarının biri birine yakınlığının ölçüsüdür. Ölçüm sonuçlarının standart sapması hesaplanarak ifade edilir. Rölatif standart sapma miktardan bağımsız (birimsiz) olduğu için daha kullanışlıdır.

Tekrar Üretilebilirlik: Bir metodun; farklı laboratuarda, farklı cihazla, farklı kişi tarafından, farklı kimyasallar kullanarak, farklı günlerde yaptığı ölçüm sonuçlarının biri birine yakınlığının ölçüsüdür. Ölçüm sonuçlarının standart sapması hesaplanarak ifade edilir. Rölatif standart sapma miktardan bağımsız (birimsiz) olduğu için daha kullanışlıdır.

Hassasiyet: Bir ölçüm cihazının veya metodun hassasiyeti o metod veya cihazla yapılacak analizin en düşük tayin sınırını belirler. Hassasiyet birim miktar için cihazın verdiği sinyal büyüklüğüdür. Kromatografik analizlerde Respons faktörü olarak ifade edilir. Kalibrasyon grafiğinin eğiminden hesaplanabilir. Kalibrasyon doğrusunun eğimi sistemin hassasiyetini verir.

Hassasiyet=A/C A: Ölçüm Sinyali C: Derişim

Metodun Tekrar Validasyonu: Bir metodun uygulama koşullarında veya kapsamında değişiklik olduğu zaman tekrar validasyonu gerekir. Metod ilk defa valide edilirken metodun sağlamlığı testlerinde metod parametrelerindeki değişikliğin metod performansına etkisi ölçülmeli ve hangi koşullarda yeniden

Türkiye 10. Gıda Kongresi; 21-23 Mayıs 2008, Erzurum

validasyon yapılacağı belirlenmelidir. Metodun uygulama sınırları ve kapsamı dışındaki değişiklikler için metodun yeniden valide edilmesi gerekir (7, 8, 9, 10).

Kaynaklar

- 1.Uyanık A, Özkan Y. 2004. Kalite Kontrol Laboratuarlarında Kontrol kartlarının Tasarımı ve Kullanımı. TSE Standart Dergisi. Eylül 2004. 41-45 s.
- 2.Koçoğlu İ. 2005. Gıda Sektöründe Ölçüm ve Kalibrasyon. Gıda Dergisi Aralık. 54 s.
- 3.Saner S. 2004.Gıda Sanayi ve Laboratuarlar. Gıda, Şubat, s.48-49.
- 4.Lopez-Fandino R. 2003. Accreditation and Quality Assurance in Dairy Laboratories Following ISO 17025. IDF Bulletin 380.33-36s.
- 5.Vlachos et al. 2002. Is ISO/IEC 17025 Accreditation a benefit or hidrance to testing laboratories? The greek experience. Journal of Food Composition and Analysis,15,749-757.
- 6.Anonymous. 2006. Why use an Accredited Laboratory? www.ilac.org
- 7.Akdağ İ. 2004. Metot Validasyonu ve Önemi. UME-Tübitak. www.ume.tubitak.gov.tr
- 8.Anonymous. 1997. Validation Of Analytical Methods For Food Control. FAO/IAEA Expert Consultation, 2-4 December 1997. FAO Food and Nutrition Paper No:68
- 9.LammiT. 2001.Calibration of weighing instruments and uncertainly of calibration. OIML Buletin Volume XLII,Number 4,October20.
10. Terzi H. 1995. Ağırlık ve ağırlık ölçen cihazların kalibrasyonu eğitimi notları,TSE metroloji ve kalibrasyon müdürlüğü, TSE, ANKARA.