



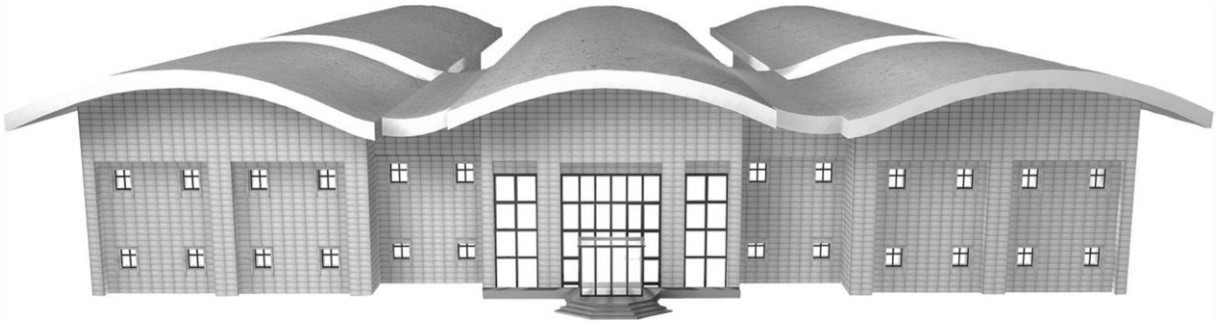
T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



AB-0015-YT

MİN014

Yayın Tarihi
12-23



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Meyve Suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Kalay (Sn)
Analizi**

**UGRL YT Raporu- MİN014
EKİM-ARALIK 2023**

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: MİN014 Meyve Suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Kalay (Sn) Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 10/10/2023

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 10/11/2023

Rapor Yayın Tarihi: 07/12/2023

Raporu Hazırlayan(lar):



Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü



Dr. Y.Özlem ALİFAKI
Mineral Madde Bölümü

Çevrim Koordinatörü:



Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü

YT Koordinatörü:



Dr. Kazım SEZER
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu V.

Raporu Onaylayan:



Yusuf YİĞİT
MÜDÜR V.

YT Düzenleyici:

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ
Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,
Yenimahalle – ANKARA
Tel.: 0312 327 41 81
Faks: 0312 327 41 56
e-posta: ugrl@tarimorman.gov.tr
Web: <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>

İÇİNDEKİLER

ÖZET	5
1. GİRİŞ	6
2. GİZLİLİK	6
3. TEST MATERYALİ	7
3.1. HAZIRLAMA	7
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK.....	7
3.3. DAĞITIM.....	10
4. SONUÇLAR	10
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	10
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	11
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	11
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	11
5.3.1. Z-SKORU	11
5.3.2. ZETA-SKORU	12
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	13
5.4.1. Z-SKORLARI	13
5.4.2. ZETA-SKORLARI.....	25
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	37
7. GÖZLEMLER	45
8. REFERANSLAR	46

TABLolar

Tablo 1. Meyve suyu Pb, Cd, As, Sn analizi yeterlilik testi sonuçları özeti.....	5
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme	8
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	9
Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	13
Tablo 5. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	14
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları.....	14
Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	25
Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	27
Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	30
Tablo 10. Kalay (Sn) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	34
Tablo 11. Katılımcı yorumları.....	36
Tablo 12. Kurşun (Pb) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	37
Tablo 13. Kadmiyum (Cd) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	39
Tablo 14. Arsenik (As) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	41
Tablo 15. Kalay (Sn) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	43

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorumları histogramı.....	17
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorumları histogramı.....	18
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorumları histogramı.....	19
Şekil 4. Kalay (Sn) z-skorumları histogramı.....	20
Şekil 5. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	21
Şekil 6. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği...	22
Şekil 7. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	23
Şekil 8. Kalay (Sn) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	24
Şekil 9. Katılımcıların metot ve cihaz kullanım durumları.....	46

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde kamu ve özel laboratuvar olarak toplam altmış yedi (67) laboratuvarın katılımı ile “Meyve suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) analizi” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Çevrim için başvuruda bulunan 67 katılımcıya, 10/10/2023 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 mL test materyali gönderilmiştir.

Katılımcılardan test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As), Kalay (Sn) elementlerinin miktarsal olarak sonuçlarını ve ölçüm belirsizliklerini bildirmeleri istenmiştir. Gönderilen sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skorları belirlenerek ortaya konmuştur (Tablo 1). Bunun yanında ölçüm belirsizliklerinden zeta-skorları belirlenmiş ve sonuca göre beyan ettikleri ölçüm belirsizliği değerlerinin de uygunluğu belirlenmiştir. Sonuçlara ait detaylı gözlemler 7. bölüm olan ‘GÖZLEMLER’ kısmında verilmektedir.

MİN014 kodlu “Meyve suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) analizi” yeterlilik testi çevrimindeki tüm analitler TS EN ISO/IEC 17043 standardı [1] akreditasyonu kapsamındadır.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Toplam z-skor sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$	Toplam zeta-skor sayısı	$ \zeta \leq 2$ skor sayısı	% $ \zeta \leq 2$
Kurşun (Pb)	0,052	62	61	98	62	51	82
Kadmiyum(Cd)	0,021	63	63	100	63	48	76
Arsenik (As)	0,087	60	60	100	60	40	66
Kalay (Sn)	8,45	52	48	92	52	45	86

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlere göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metotlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarları Yönetmeliği”nin kontroller başlıklı 28’ inci maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeronla verilebilir.

2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ne gizli olarak bildirilmektedir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanması için piyasadan temin edilen yaklaşık 4,5 L vişne suyu kullanıldı. Meyve suyu örneğine tüm analitler için belli oranda zenginleştirme yapıldı ve iyice karıştırılıp homojen hale getirildi. Meyve suyu yeterlilik test materyali kaplarına en az 50 mL olacak şekilde aktarılarak numaralandırıldı. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar buzdolabı sıcaklığında muhafaza edildi.

3.2. HOMOJENLİK ve KARARLILIK

ISO 13528 Standardı [2] esas alınarak yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 numune, iki tekrarlı olarak analiz edildi. Analizler ICP-MS cihazı ile gerçekleştirildi ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edildi. ISO 13528 Standardı esas alınarak, homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatistiksel değerlendirme ($s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$) homojenliğin yeterli olduğunu göstermektedir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Kararlılık çalışması, ISO 13528 Standardı esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre planlandı. Yeterlilik testi sırasında farklı zamanlarda ikişer örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması (\bar{y}) ile homojenlik verileri ortalaması (\bar{x}) arasındaki farka bakılmış ve ($|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3 \sigma_{pt}$) koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. Kararlılık deneyleri için yeterlilik test materyalinin homojenlik çalışmasının yapıldığı gün başlangıç zamanı (t=1) olarak alındı. Yeterlilik test materyalinin katılımcı laboratuvarlara gönderildiği gün rastgele seçilen iki numune kararlılık test grubu örnekleri olarak belirlendi ve en kötü kargo koşulları dikkate alınarak oda sıcaklığında 5 gün muhafaza edilerek kararlılık deneyinin ikinci zamanı (t=2) olarak alındı. Çevrim süresi sonuna buzdolabı sıcaklığında muhafaza edilen diğer örnekler de (katılımcı sonuç son bildirim tarihinden sonra) tekrar analiz edilerek kararlılık testi son zamanı (t=3) verileri ile kararlılık testi tamamlandı. Kararlılığın kontrolü için belirtilen süreler sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında iki tekrarlı analiz yapıldı. Kararlılık deneylerine ait sonuçlar ve istatistiksel değerlendirme ($|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3 \sigma_{pt}$) Tablo 3’de verilmektedir. Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik test materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Kurşun (Pb)

ISO 13528'e göre	Kurşun (Pb) (mg/kg)
Ortalama	0,051
σ_{pt}	0,011
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,003
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,002
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,002
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,002
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 2 (Devam). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Kadmiyum (Cd)

ISO 13528'e göre	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)
Ortalama	0,021
σ_{pt}	0,005
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,002
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,000
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,001
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 2 (Devam). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Arsenik (As)

ISO 13528'e göre	Arsenik (As) (mg/kg)
Ortalama	0,101
σ_{pt}	0,019
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,006
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,004
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,004
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,003
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 2 (Devam). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Kalay (Sn)

ISO 13528'e göre	Kalay (Sn) (mg/kg)
Ortalama	9,62
σ_{pt}	0,98
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,29
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,19
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,26
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,04
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Kurşun (Pb)

	Kurşun (Pb) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,051	---	0,011	0,003	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,052	0,001	0,011	0,003	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,052	0,001	0,011	0,003	GEÇER

Tablo 3 (Devam). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Kadmiyum (Cd)

	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,021	---	0,005	0,002	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,023	0,002	0,005	0,002	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,020	0,001	0,005	0,002	GEÇER

Tablo 3 (Devam). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Arsenik (As)

	Arsenik (As) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,101	---	0,019	0,006	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,101	0,000	0,019	0,006	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,099	0,002	0,019	0,006	GEÇER

Tablo 3 (Devam). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Kalay (Sn)

	Kalay (Sn) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	genişletilmiş kritik değer ($0,3\sigma_{pt+u}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt} + u$
Homojenlik testi t=1	9,62	---	0,98	---	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	9,94	0,32	0,98	0,55	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	9,99	0,38	0,98	0,58	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Buzdolabı sıcaklığında bulunan YT materyali buz akülü straforlu kutulara konularak 67 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan meyve suyunda bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) düzeylerini tespit etmeleri ve sonuca ait genişletilmiş ölçüm belirsizliğini (\pm mg/kg) ($k=2$) hesaplamaları istenmiştir. Elde edilen sonuçları mg/kg olarak ‘**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA**’ kaydetmeleri istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 67 laboratuvardan 64 tanesi sonuç bildirmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değer in standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değeri belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, birim hatası tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapıldı. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir analit için atanmış değer (x_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. Katılımcı sonuçları kullanılarak Q/Hampel metoduna göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı [2].

İlgili analite ilişkin atanmış değer belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

$$u(x_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

$u(x_{pt})$: atanmış değer belirsizliği

s^* : sağlam (robust) standart sapma

p : katılımcı sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplandı.

Konsantrasyonu 120 ppb'den küçük analitler için σ_{pt} aşağıdaki eşitlik ile,

$$\sigma_{pt} = \frac{0,22c}{mr}$$

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için ise σ_{pt} aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmıştır [3].

$$\sigma_{pt} = \frac{0,02c^{0,8495}}{mr}$$

c : konsantrasyon (atanmış değer), boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir.

mr : Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppb = 10^{-9} , 1 ppm = 10^{-6} , % = 10^{-2})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

5.3.1. z-skoru

Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) elementleri için her bir laboratuvarın performansı ISO 13528 standardı ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

x_i : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

z-skoru yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcıların atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [4]:

$$|z| \leq 2,0 \quad \text{Uygun}$$

$$|z| > 2,0 \quad \text{Uygun Değil}$$

5.3.2. zeta-skoru

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre zeta-skoru cinsinden ifade edilmektedir [2].

$$\zeta = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

x_i : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

$u(x_i)$: katılımcı sonucunun standart belirsizliği

$u(x_{pt})$: atanmış değer x_{pt} 'nin standart belirsizliği

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını bildirdikleri ölçüm belirsizliği yardımıyla değerlendiren zeta skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [4]:

$$|\zeta| \leq 2,0 \quad \text{Uygun}$$

$$|\zeta| > 2,0 \quad \text{Uygun Değil}$$

Katılımcı sonuçlarının belirsizliklerinin değerlendirilmesinde, maksimum belirsizlik (u_{mak}) ve minimum belirsizlik (u_{min}) değerleri kullanılmıştır. ISO 13528'e göre, bir üst sınır olan u_{mak} 'un, katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olmaması gerekmektedir. $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlandığında ise, katılımcı sonucunun bundan daha küçük bir belirsizliğe sahip olması beklenmemektedir. Bu nedenle, $u(x_{pt})$, u_{min} adı verilen bir alt sınır olarak kullanılabilir. u_{min} ve u_{mak} , anormal belirsizlikleri tanımlamak için kullanılan sınırlar olup; katılımcılar için **bilgilendirme** amaçlı yapılmıştır.

$$u_{\min} : u(x_{pt})$$

$$u_{\max} : 1,5 \times s^*$$

$u(x_{pt})$: atanmış değer x_{pt} 'nin standart belirsizliği

s^* : katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

MİN014 Meyve suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) analizi yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorumları hesaplanmıştır. Ölçüm belirsizliği performans değerlendirilmesi de yapılmış olup; zeta-skorumları hesaplanmıştır. Hesaplanan zeta skorumları, katılımcılara *bilgilendirme* amaçlı verilmiştir.

5.4.1. z-skorumları

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorumların sayısı ve yüzdesi Tablo 5'de verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN014' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları ile birlikte Tablo 6' da özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4'de histogram ile, katılımcıların ölçüm belirsizliği dağılımı ve analite ait çekirdek yoğunluğu kestirimi içeren grafikler Şekil 5, 6, 7, 8'de gösterilmektedir.

Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)	Kalay (Sn)
Sonuç sayısı	62	63	60	52
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,04-0,094	0,013-0,03	0,057-0,123	7,56-17,03
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,051	0,021	0,090	8,41
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,053	0,021	0,087	8,78
Atanmış değer (mg/kg)	0,052	0,021	0,087	8,45
Belirsizlik $u(x_{pt})$ (mg/kg)	0,001	0,001	0,002	0,11
Sağlam Standart sapma (s^*) (mg/kg)	0,005	0,004	0,015	0,66
Y.T std sapma (σ_{pt}) (mg/kg)	0,011	0,005	0,019	0,98
Sağlam RSD %	10	5	17	8

Tablo 5. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi (%)
Kurşun (Pb)	61	62	% 98
Kadmiyum (Cd)	63	63	% 100
Arsenik (As)	60	60	% 100
Kalay (Sn)	48	52	% 92

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.)

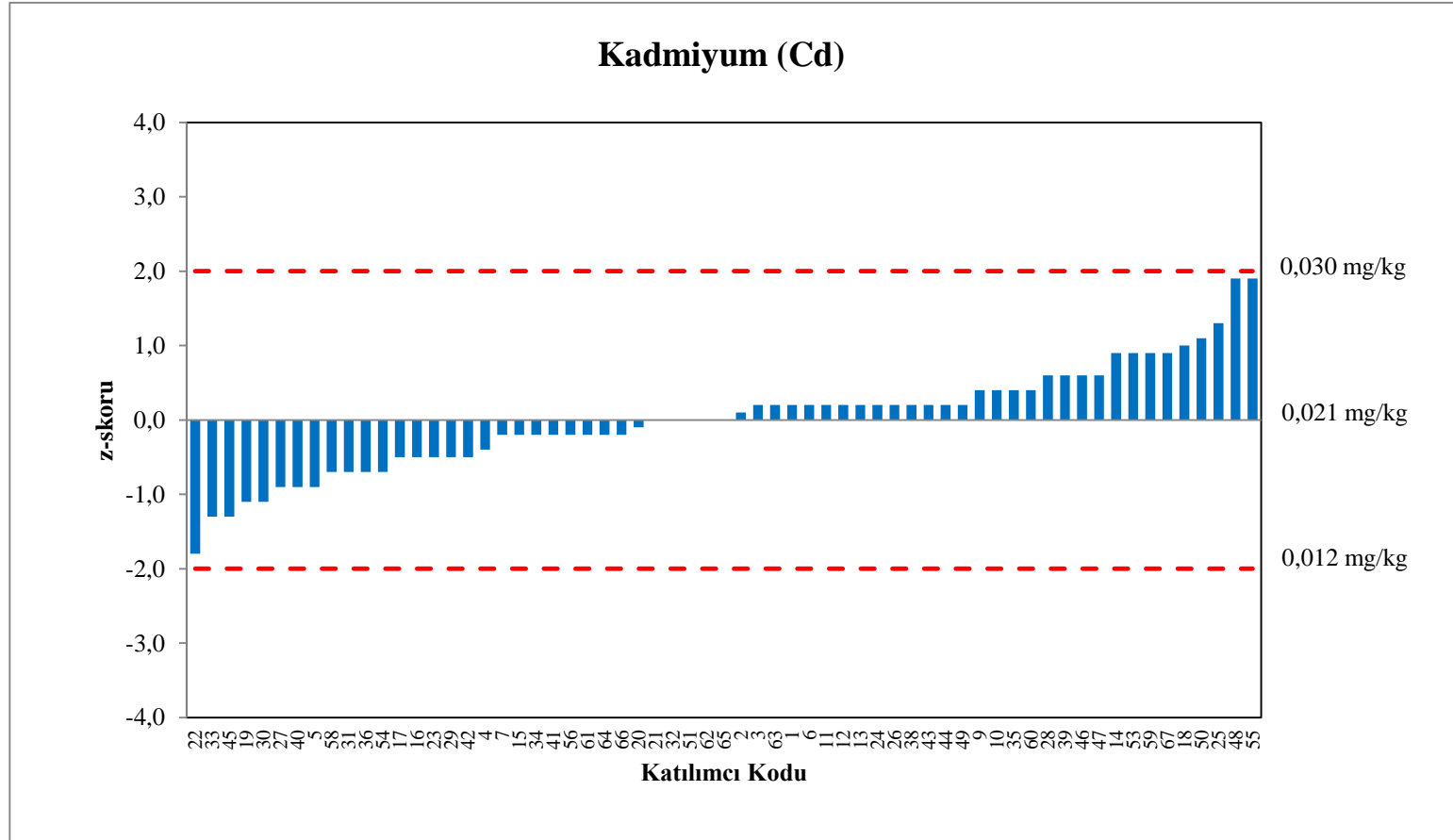
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Kalay (Sn)	
	Atanmış Değer	0,052 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,021 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,087 (mg/kg)	Atanmış Değer	8,45 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	0,05	-0,2	0,022	0,2	0,092	0,3	8,4	-0,1
2	0,0515	0,0	0,0216	0,1	0,089	0,1	9,327	0,9
3	0,0547	0,3	0,0218	0,2	0,0873	0,0	7,994	-0,5
4	0,0547	0,3	0,0192	-0,4	0,085	-0,1	8,45	0,0
5	0,0516	0,0	0,0171	-0,9	0,0671	-1,0	10,655	2,2
6	0,05	-0,2	0,022	0,2	0,097	0,5	8,01	-0,5
7	0,061	0,8	0,02	-0,2	0,095	0,4	<LOQ	
8	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
9	0,049	-0,2	0,023	0,4	0,097	0,5	7,691	-0,8
10	0,05	-0,2	0,023	0,4	0,098	0,6	9,98	1,6
11	0,059	0,6	0,022	0,2	0,085	-0,1	8,5	0,0
12	0,048	-0,3	0,022	0,2	0,1	0,7	8,08	-0,4
13	0,05	-0,2	0,022	0,2	0,102	0,8	8,985	0,5
14	0,066	1,2	0,025	0,9	0,12	1,7	12,5	4,1
15	0,049	-0,2	0,02	-0,2	0,088	0,0	8,128	-0,3
16	0,05	-0,2	0,019	-0,5	0,075	-0,6	7,56	-0,9
17	0,05426	0,2	0,01888	-0,5	0,06777	-1,0	Sonuç Bildirmedi	
18	0,0568	0,4	0,0255	1,0	0,1028	0,8	9,013	0,6
19	0,052	0,0	0,016	-1,1	0,065	-1,2	8,8	0,4
20	0,053	0,1	0,0205	-0,1	0,059	-1,5	8,517	0,1
21	0,047	-0,4	0,021	0,0	0,093	0,3	7,83	-0,6
22	0,054	0,2	0,013	-1,8	0,067	-1,1	7,64	-0,8
23	0,05	-0,2	0,019	-0,5	0,086	-0,1	Sonuç Bildirmedi	
24	0,048	-0,3	0,022	0,2	0,096	0,5	7,94	-0,5
25	0,094	3,7	0,027	1,3	0,108	1,1	10,427	2,0
26	0,05	-0,2	0,022	0,2	0,094	0,4	Sonuç Bildirmedi	

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.) Devam

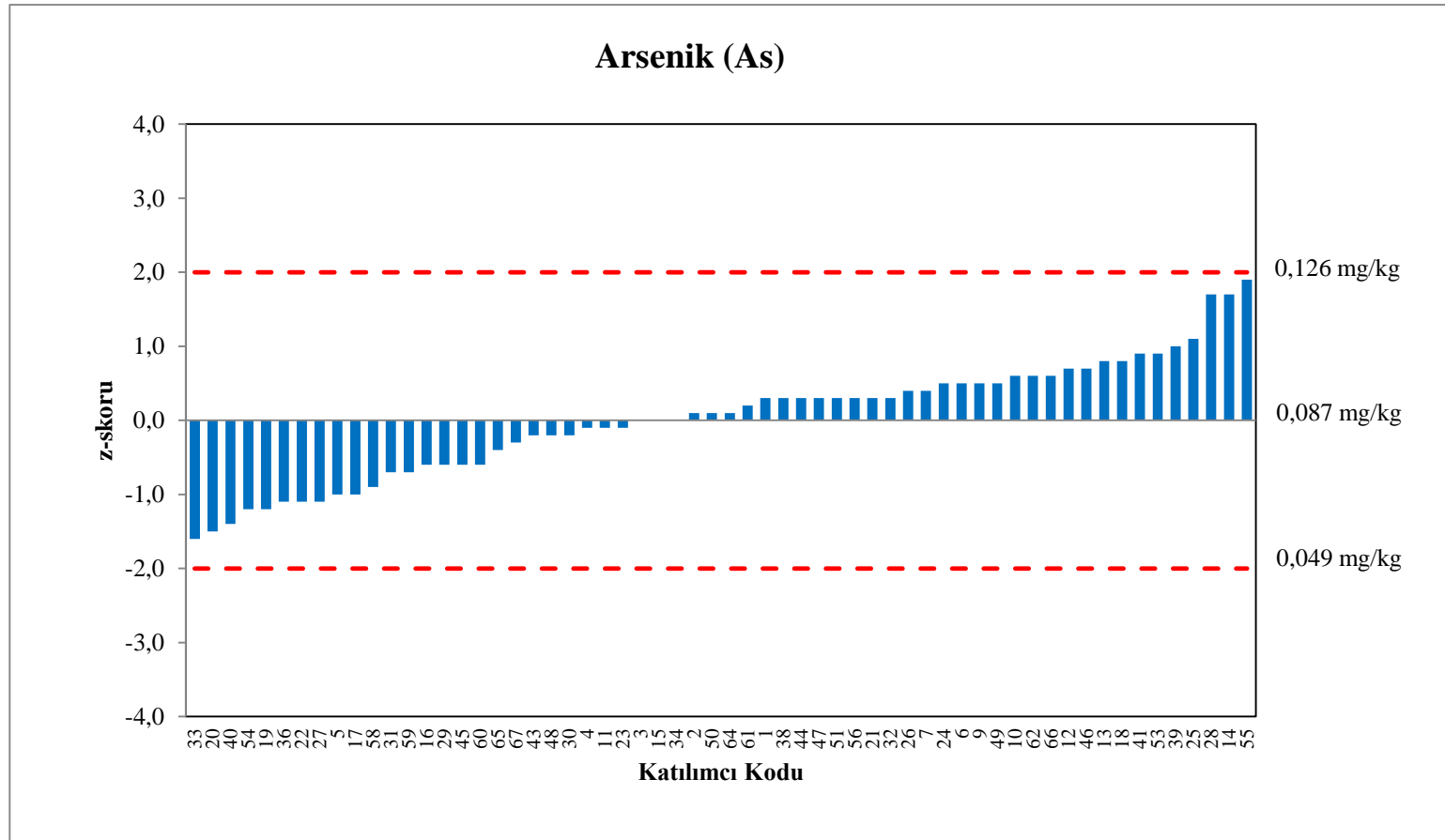
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Kalay (Sn)	
	Atanmış Değer	0,052 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,021 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,087 (mg/kg)	Atanmış Değer	8,45 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
27	0,053	0,1	0,017	-0,9	0,067	-1,1	8,042	-0,4
28	0,056	0,4	0,024	0,6	0,119	1,7	Sonuç Bildirmedi	
29	0,067	1,3	0,019	-0,5	0,075	-0,6	10,5	2,1
30	0,053	0,1	0,016	-1,1	0,084	-0,2	9,6	1,2
31	0,058	0,5	0,018	-0,7	0,073	-0,7	8,237	-0,2
32	0,051	-0,1	0,021	0,0	0,093	0,3	8,6	0,1
33	0,055	0,3	0,015	-1,3	0,057	-1,6	7,836	-0,6
34	0,048	-0,3	0,02	-0,2	0,088	0,0	8,4	-0,1
35	0,075	2,0	0,023	0,4	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
36	0,06	0,7	0,018	-0,7	0,066	-1,1	8,234	-0,2
37	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
38	0,051	-0,1	0,022	0,2	0,092	0,3	9,51	1,1
39	0,049	-0,2	0,024	0,6	0,106	1,0	Sonuç Bildirmedi	
40	0,049	-0,2	0,017	-0,9	0,061	-1,4	7,72	-0,7
41	0,045	-0,6	0,02	-0,2	0,104	0,9	8,02	-0,4
42	0,046	-0,5	0,019	-0,5	Sonuç Bildirmedi		8,19	-0,3
43	0,05	-0,2	0,022	0,2	0,083	-0,2	Sonuç Bildirmedi	
44	0,053	0,1	0,022	0,2	0,092	0,3	8,414	0,0
45	0,0568	0,4	0,0151	-1,3	0,075	-0,6	7,85	-0,6
46	0,064	1,1	0,024	0,6	0,101	0,7	9,02	0,6
47	0,053	0,1	0,024	0,6	0,092	0,3	8,68	0,2
48	0,047	-0,4	0,03	1,9	0,083	-0,2	Sonuç Bildirmedi	
49	0,049	-0,2	0,022	0,2	0,097	0,5	Sonuç Bildirmedi	
50	0,057	0,5	0,026	1,1	0,09	0,1	8,66	0,2
51	0,046	-0,5	0,021	0,0	0,092	0,3	7,95	-0,5
52	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
53	Sonuç Bildirmedi		0,025	0,9	0,104	0,9	8,86	0,4
54	0,043	-0,8	0,018	-0,7	0,064	-1,2	8,346	-0,1
55	0,04	-1,0	0,03	1,9	0,123	1,9	17,03	8,7
56	0,051	-0,1	0,02	-0,2	0,092	0,3	8,69	0,2
57	<LOQ		<LOQ		<LOQ		<LOQ	
58	0,0598	0,7	0,0179	-0,7	0,0691	-0,9	8,394	-0,1

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.) Devam

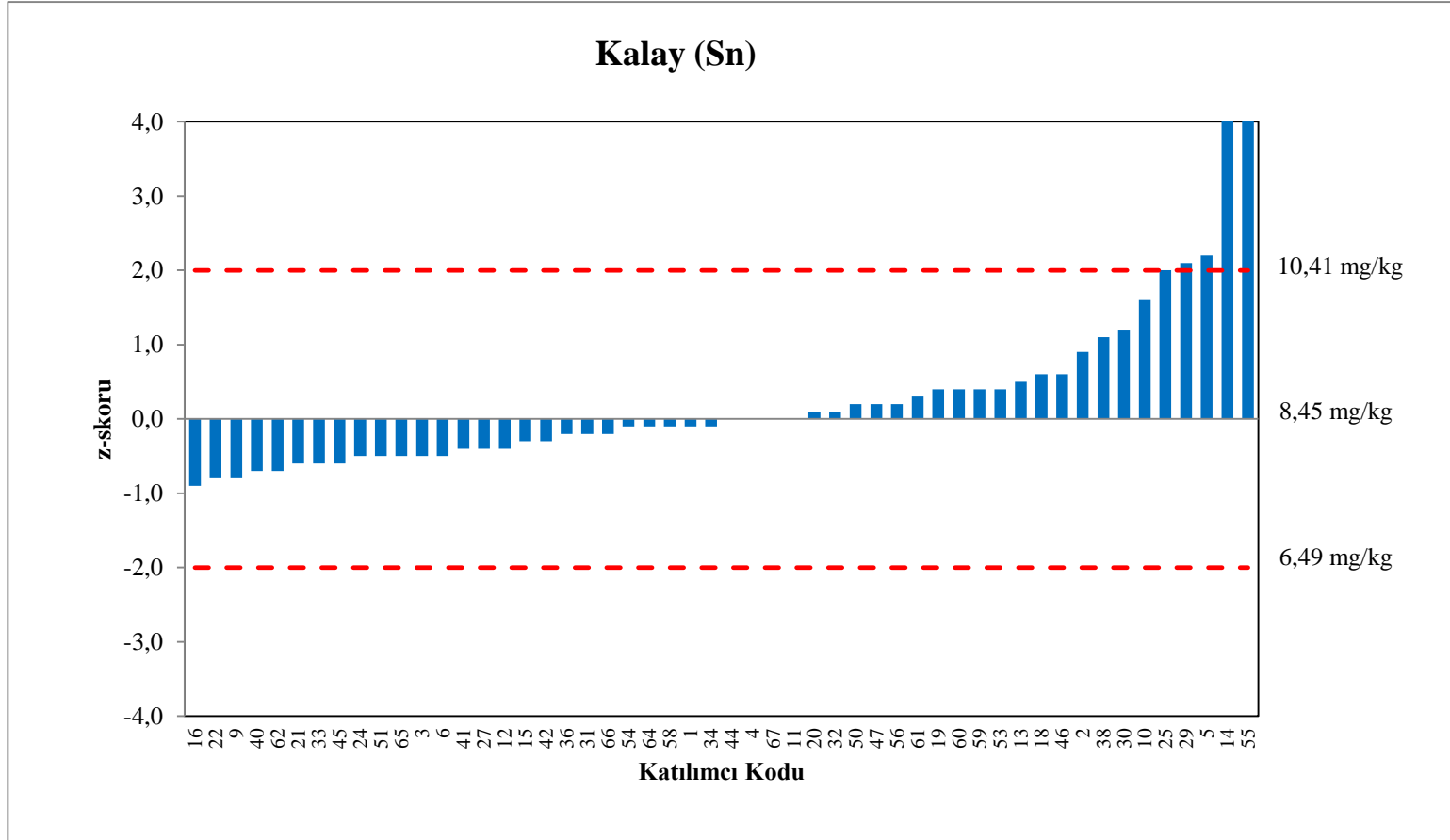
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Kalay (Sn)	
	Atanmış Değer	0,052 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,021 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,087 (mg/kg)	Atanmış Değer	8,45 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
59	0,055	0,3	0,025	0,9	0,073	-0,7	8,84	0,4
60	0,057	0,5	0,023	0,4	0,075	-0,6	8,835	0,4
61	0,047	-0,4	0,02	-0,2	0,091	0,2	8,77	0,3
62	0,048	-0,3	0,021	0,0	0,099	0,6	7,81	-0,7
63	0,0485	-0,3	0,0219	0,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
64	0,049	-0,2	0,02	-0,2	0,09	0,1	8,355	-0,1
65	0,048	-0,3	0,021	0,0	0,08	-0,4	7,97	-0,5
66	0,05	-0,2	0,02	-0,2	0,099	0,6	8,29	-0,2
67	0,052	0,0	0,025	0,9	0,081	-0,3	8,461	0,0



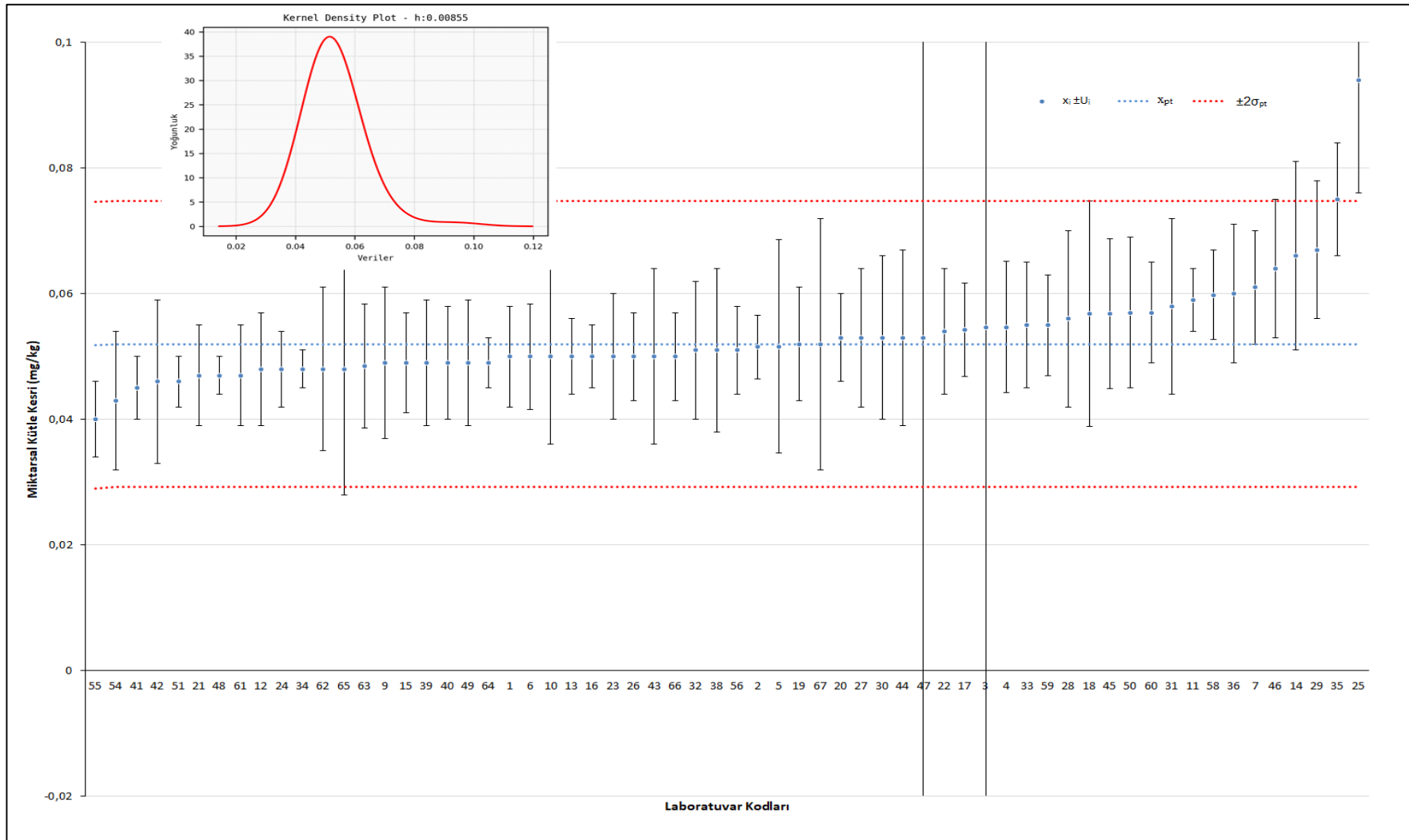
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları histogramı



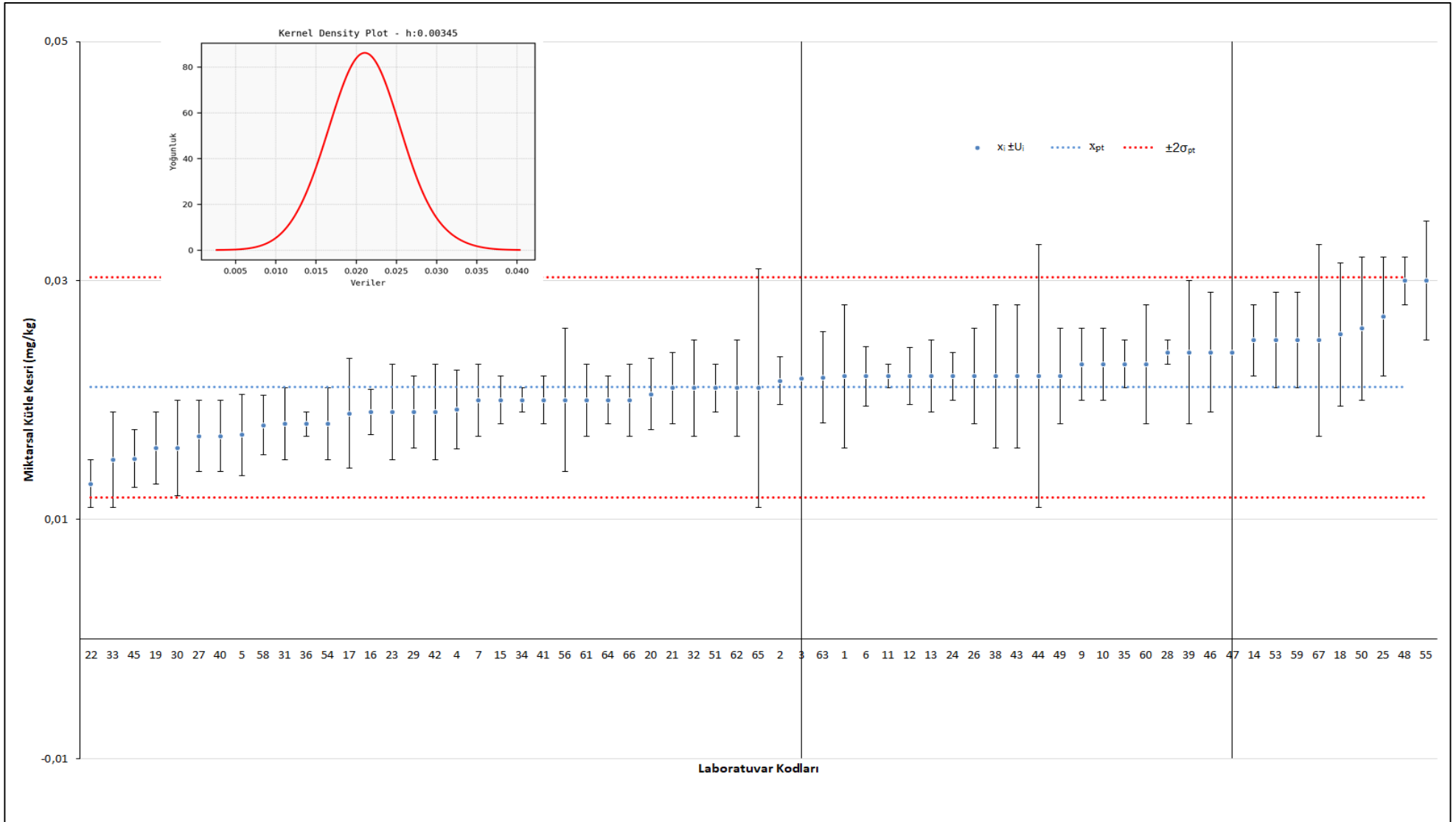
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları histogramı



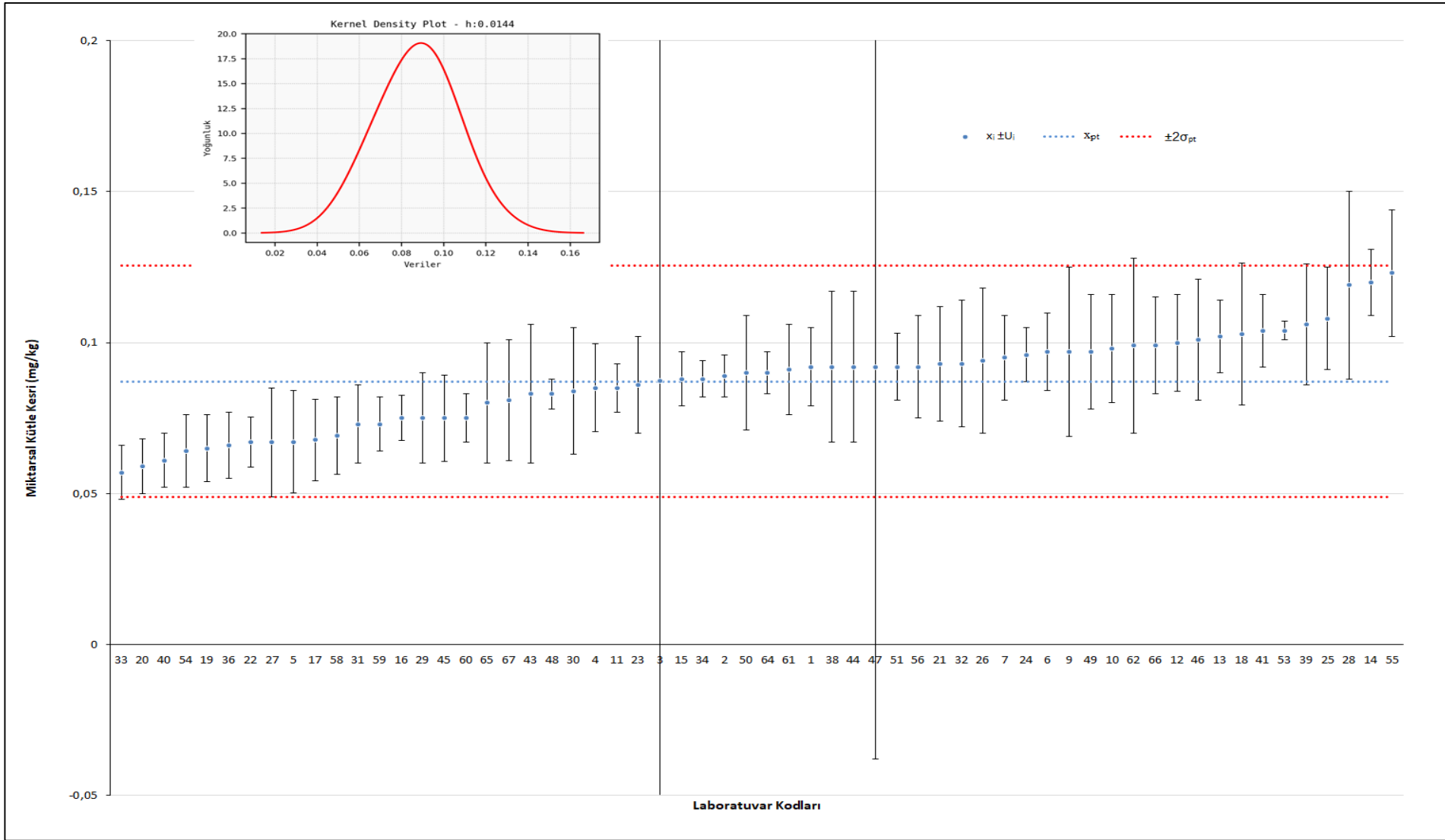
Şekil 4. Kalay (Sn) z-skorları histogramı



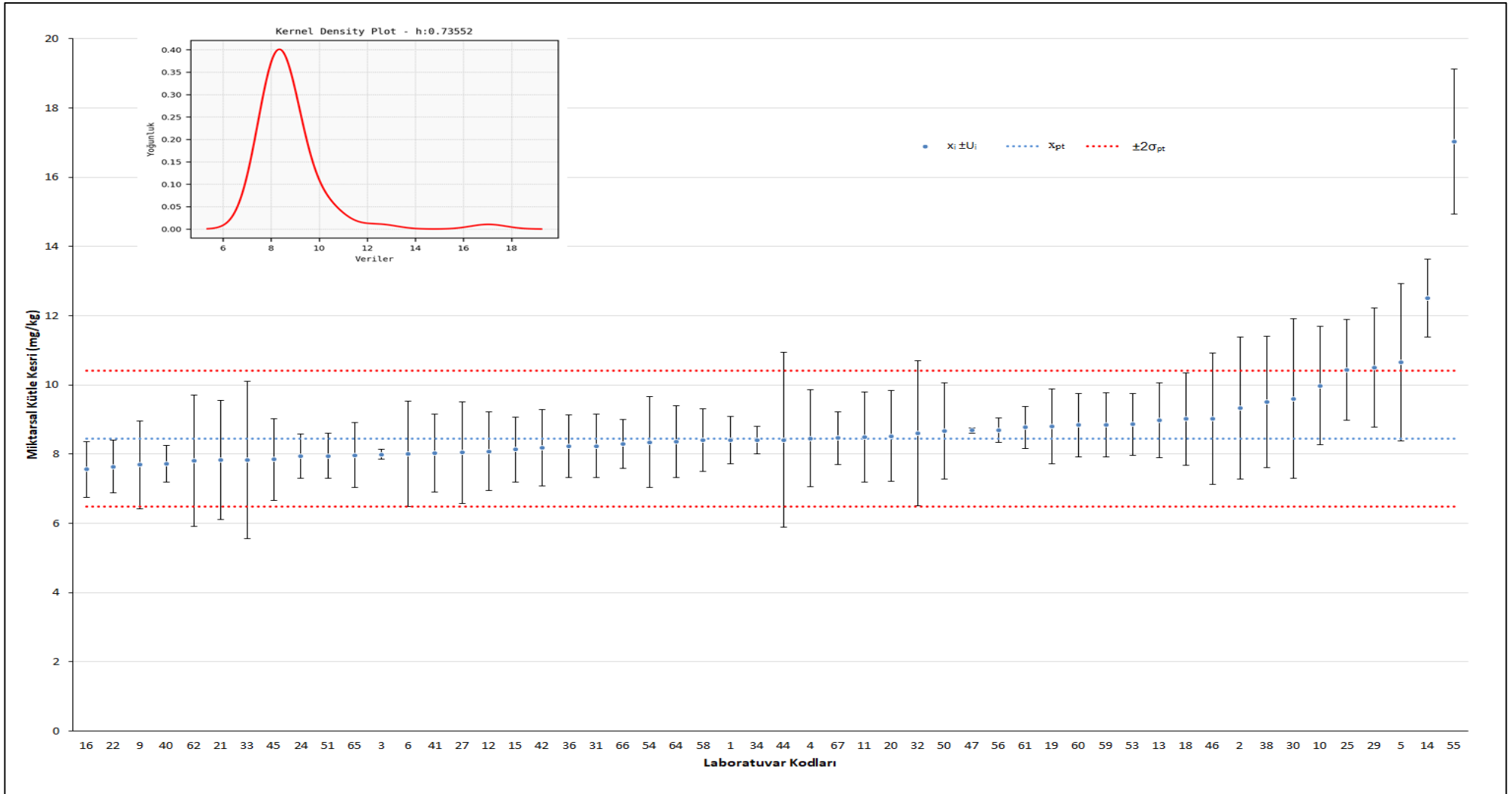
Şekil 5. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği



Şekil 6. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği



Şekil 7. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği



Şekil 8. Kalay (Sn) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

5.4.2. zeta-skorları

MİN014 Meyve suyu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) analizi yeterlilik testinde, katılımcılardan her bir analite ait ölçüm belirsizliği istenmiş ve ölçüm belirsizliği performans değerlendirmesi yapılarak zeta skorları hesaplanmıştır. Analitlere ilişkin ait ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları, standart ölçüm belirsizlikleri u_{\min} ve u_{\max} değerleri ile birlikte uygun olmayan sonuçların değerlendirmesi Kurşun (Pb) için Tablo 7'de Kadmiyum (Cd) için Tablo 8'de, Arsenik (As) için Tablo 9'da, Kalay (Sn) için Tablo 10'da verilmektedir.

Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,052 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{\max}$ ($u_{\max}=0,008$)	Değerlendirme
1	0,050	0,008	16,0	0,004	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
2	0,052	0,005	9,7	0,003	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
3	0,055	0,322	588,1	0,161	0,3	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
4	0,055	0,010	19,0	0,005	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
5	0,052	0,017	32,9	0,008	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
6	0,050	0,008	16,8	0,004	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
7	0,061	0,009	14,8	0,005	0,8	2,0	HAYIR	HAYIR	
8	Sonuç Bildirmedi								
9	0,049	0,012	24,5	0,006	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
10	0,050	0,014	28,0	0,007	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
11	0,059	0,005	8,5	0,003	0,6	2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
12	0,048	0,009	18,8	0,005	-0,3	-0,8	HAYIR	HAYIR	
13	0,050	0,006	12,0	0,003	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	
14	0,066	0,015	22,7	0,008	1,2	1,9	HAYIR	HAYIR	
15	0,049	0,008	16,3	0,004	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
16	0,050	0,005	10,0	0,003	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
17	0,054	0,007	13,7	0,004	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
18	0,057	0,018	31,5	0,009	0,4	0,6	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
19	0,052	0,009	17,3	0,005	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
20	0,053	0,007	13,2	0,004	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
21	0,047	0,008	17,0	0,004	-0,4	-1,2	HAYIR	HAYIR	
22	0,054	0,010	18,5	0,005	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,052 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,008$)	Değerlendirme
23	0,050	0,010	20,0	0,005	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
24	0,048	0,006	12,5	0,003	-0,3	-1,2	HAYIR	HAYIR	
25	0,094	0,018	19,1	0,009	3,7	4,7	HAYIR	EVET	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapsması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
26	0,050	0,007	14,0	0,004	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
27	0,053	0,011	20,8	0,006	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
28	0,056	0,014	25,0	0,007	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
29	0,067	0,011	16,4	0,006	1,3	2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
30	0,053	0,013	24,5	0,007	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
31	0,058	0,014	24,1	0,007	0,5	0,9	HAYIR	HAYIR	
32	0,051	0,011	21,6	0,006	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
33	0,055	0,010	18,2	0,005	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
34	0,048	0,003	6,3	0,002	-0,3	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
35	0,075	0,009	12,0	0,005	2,0	5,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
36	0,060	0,011	18,3	0,006	0,7	1,5	HAYIR	HAYIR	
37	Sonuç Bildirmedi								
38	0,051	0,013	25,5	0,007	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
39	0,049	0,010	20,4	0,005	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	
40	0,049	0,009	18,4	0,005	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	
41	0,045	0,005	11,1	0,003	-0,6	-2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
42	0,046	0,013	28,3	0,007	-0,5	-0,9	HAYIR	HAYIR	
43	0,050	0,014	28,0	0,007	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
44	0,053	0,014	26,4	0,007	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
45	0,057	0,012	21,0	0,006	0,4	0,8	HAYIR	HAYIR	
46	0,064	0,011	17,2	0,006	1,1	2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
47	0,053	0,091	171,7	0,046	0,1	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
48	0,047	0,003	6,4	0,002	-0,4	-2,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,052 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,008$)	Değerlendirme
49	0,049	0,010	20,4	0,005	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	
50	0,057	0,012	21,1	0,006	0,5	0,9	HAYIR	HAYIR	
51	0,046	0,004	8,7	0,002	-0,5	-2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
52	Sonuç Bildirmedi								
53	Sonuç Bildirmedi								
54	0,043	0,011	25,6	0,006	-0,8	-1,6	HAYIR	HAYIR	
55	0,040	0,006	15,0	0,003	-1,0	-3,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
56	0,051	0,007	13,7	0,004	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
57	<LOQ								
58	0,060	0,007	11,9	0,004	0,7	2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
59	0,055	0,008	14,5	0,004	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
60	0,057	0,008	14,0	0,004	0,5	1,3	HAYIR	HAYIR	
61	0,047	0,008	17,0	0,004	-0,4	-1,2	HAYIR	HAYIR	
62	0,048	0,013	27,1	0,007	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	
63	0,049	0,010	20,4	0,005	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
64	0,049	0,004	8,2	0,002	-0,2	-1,3	HAYIR	HAYIR	
65	0,048	0,020	41,7	0,010	-0,3	-0,4	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
66	0,050	0,007	14,0	0,004	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
67	0,052	0,020	38,5	0,010	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,021 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,005$)	Değerlendirme
1	0,022	0,006	27,3	0,003	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
2	0,022	0,002	9,3	0,001	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
3	0,022	0,184	845,9	0,092	0,2	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
4	0,019	0,003	17,2	0,002	-0,4	-1,1	HAYIR	HAYIR	

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,021 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{\max}$ ($u_{\max}=0,005$)	Değerlendirme
5	0,017	0,003	19,9	0,002	-0,9	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
6	0,022	0,003	11,4	0,001	0,2	0,7	HAYIR	HAYIR	
7	0,020	0,003	15,0	0,002	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
8	Sonuç Bildirmedi								
9	0,023	0,003	13,0	0,002	0,4	1,2	HAYIR	HAYIR	
10	0,023	0,003	13,0	0,002	0,4	1,2	HAYIR	HAYIR	
11	0,022	0,001	4,5	0,001	0,2	1,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
12	0,022	0,002	10,9	0,001	0,2	0,7	HAYIR	HAYIR	
13	0,022	0,003	13,6	0,002	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
14	0,025	0,003	12,0	0,002	0,9	2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
15	0,020	0,002	10,0	0,001	-0,2	-0,9	HAYIR	HAYIR	
16	0,019	0,002	10,0	0,001	-0,5	-1,9	HAYIR	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
17	0,019	0,005	24,3	0,002	-0,5	-0,9	HAYIR	HAYIR	
18	0,026	0,006	23,5	0,003	1,0	1,4	HAYIR	HAYIR	
19	0,016	0,003	18,8	0,002	-1,1	-3,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
20	0,021	0,003	14,6	0,002	-0,1	-0,4	HAYIR	HAYIR	
21	0,021	0,003	14,3	0,002	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
22	0,013	0,002	15,4	0,001	-1,8	-6,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
23	0,019	0,004	21,1	0,002	-0,5	-1,0	HAYIR	HAYIR	
24	0,022	0,002	9,1	0,001	0,2	0,8	HAYIR	HAYIR	
25	0,027	0,005	18,5	0,003	1,3	2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
26	0,022	0,004	18,2	0,002	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	

Kadmium (Cd) Atanmış Değer = 0,021 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,005$)	Değerlendirme
27	0,017	0,003	17,6	0,002	-0,9	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
28	0,024	0,001	4,2	0,001	0,6	3,7	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
29	0,019	0,003	15,8	0,002	-0,5	-1,3	HAYIR	HAYIR	
30	0,016	0,004	25,0	0,002	-1,1	-2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
31	0,018	0,003	16,7	0,002	-0,7	-1,9	HAYIR	HAYIR	
32	0,021	0,004	19,0	0,002	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
33	0,015	0,004	26,7	0,002	-1,3	-2,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
34	0,020	0,001	5,0	0,001	-0,2	-1,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
35	0,023	0,002	8,7	0,001	0,4	1,6	HAYIR	HAYIR	
36	0,018	0,001	5,6	0,001	-0,7	-3,9	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
37	Sonuç Bildirmedi								
38	0,022	0,006	27,3	0,003	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
39	0,024	0,006	25,0	0,003	0,6	1,0	HAYIR	HAYIR	
40	0,017	0,003	17,6	0,002	-0,9	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
41	0,020	0,002	10,0	0,001	-0,2	-0,9	HAYIR	HAYIR	
42	0,019	0,004	21,1	0,002	-0,5	-1,0	HAYIR	HAYIR	
43	0,022	0,006	27,3	0,003	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
44	0,022	0,011	50,0	0,006	0,2	0,2	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
45	0,015	0,002	15,9	0,001	-1,3	-4,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
46	0,024	0,005	20,8	0,003	0,6	1,1	HAYIR	HAYIR	
47	0,024	0,110	458,3	0,055	0,6	0,1	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Kadmium (Cd) Atanmış Değer = 0,021 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,001$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,005$)	Değerlendirme
48	0,030	0,002	6,7	0,001	1,9	7,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
49	0,022	0,004	18,2	0,002	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	
50	0,026	0,006	23,1	0,003	1,1	1,6	HAYIR	HAYIR	
51	0,021	0,002	9,5	0,001	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
52	Sonuç Bildirmedi								
53	0,025	0,004	16,0	0,002	0,9	1,9	HAYIR	HAYIR	
54	0,018	0,003	16,7	0,002	-0,7	-1,9	HAYIR	HAYIR	
55	0,030	0,005	16,7	0,003	1,9	3,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
56	0,020	0,006	30,0	0,003	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
57	<LOQ								
58	0,018	0,003	14,0	0,001	-0,7	-2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
59	0,025	0,004	16,0	0,002	0,9	1,9	HAYIR	HAYIR	
60	0,023	0,005	21,7	0,003	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
61	0,020	0,003	15,0	0,002	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
62	0,021	0,004	19,0	0,002	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
63	0,022	0,004	17,4	0,002	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	
64	0,020	0,002	10,0	0,001	-0,2	-0,9	HAYIR	HAYIR	
65	0,021	0,010	47,6	0,005	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
66	0,020	0,003	15,0	0,002	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
67	0,025	0,008	32,0	0,004	0,9	1,0	HAYIR	HAYIR	

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,087 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,022$)	Değerlendirme
1	0,092	0,013	14,1	0,007	0,3	0,7	HAYIR	HAYIR	
2	0,089	0,007	7,9	0,004	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
3	0,087	0,187	213,9	0,093	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,087 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min}=0,002$)	$u(x_i) > u_{\max}$ ($u_{\max}=0,022$)	Değerlendirme
4	0,085	0,015	17,1	0,007	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
5	0,067	0,017	25,3	0,008	-1,0	-2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
6	0,097	0,013	13,2	0,006	0,5	1,4	HAYIR	HAYIR	
7	0,095	0,014	14,7	0,007	0,4	1,1	HAYIR	HAYIR	
8	Sonuç Bildirmedi								
9	0,097	0,028	28,9	0,014	0,5	0,7	HAYIR	HAYIR	
10	0,098	0,018	18,4	0,009	0,6	1,2	HAYIR	HAYIR	
11	0,085	0,008	9,4	0,004	-0,1	-0,5	HAYIR	HAYIR	
12	0,100	0,016	16,0	0,008	0,7	1,5	HAYIR	HAYIR	
13	0,102	0,012	11,8	0,006	0,8	2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
14	0,120	0,011	9,2	0,006	1,7	5,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
15	0,088	0,009	10,2	0,005	0,0	0,2	HAYIR	HAYIR	
16	0,075	0,008	10,0	0,004	-0,6	-2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
17	0,068	0,014	20,0	0,007	-1,0	-2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
18	0,103	0,024	23,0	0,012	0,8	1,3	HAYIR	HAYIR	
19	0,065	0,011	16,9	0,006	-1,2	-3,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
20	0,059	0,009	15,3	0,005	-1,5	-5,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
21	0,093	0,019	20,4	0,010	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
22	0,067	0,008	12,4	0,004	-1,1	-4,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,087 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,022$)	Değerlendirme
23	0,086	0,016	18,6	0,008	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
24	0,096	0,009	9,4	0,005	0,5	1,7	HAYIR	HAYIR	
25	0,108	0,017	15,7	0,009	1,1	2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
26	0,094	0,024	25,5	0,012	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
27	0,067	0,018	26,9	0,009	-1,1	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
28	0,119	0,031	26,1	0,016	1,7	2,0	HAYIR	HAYIR	
29	0,075	0,015	20,0	0,008	-0,6	-1,5	HAYIR	HAYIR	
30	0,084	0,021	25,0	0,011	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
31	0,073	0,013	17,8	0,007	-0,7	-2,0	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
32	0,093	0,021	22,6	0,011	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
33	0,057	0,009	15,8	0,005	-1,6	-5,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
34	0,088	0,006	6,8	0,003	0,0	0,2	HAYIR	HAYIR	
35	Sonuç Bildirmedi								
36	0,066	0,011	16,7	0,006	-1,1	-3,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
37	Sonuç Bildirmedi								
38	0,092	0,025	27,2	0,013	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
39	0,106	0,020	18,9	0,010	1,0	1,8	HAYIR	HAYIR	
40	0,061	0,009	14,8	0,005	-1,4	-5,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
41	0,104	0,012	11,5	0,006	0,9	2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
42	Sonuç Bildirmedi								
43	0,083	0,023	27,7	0,012	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
44	0,092	0,025	27,2	0,013	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
45	0,075	0,014	19,1	0,007	-0,6	-1,6	HAYIR	HAYIR	

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,087 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min} = 0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max} = 0,022$)	Değerlendirme
46	0,101	0,020	19,8	0,010	0,7	1,3	HAYIR	HAYIR	
47	0,092	0,130	141,3	0,065	0,3	0,1	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
48	0,083	0,005	6,0	0,003	-0,2	-1,2	HAYIR	HAYIR	
49	0,097	0,019	19,6	0,010	0,5	1,0	HAYIR	HAYIR	
50	0,090	0,019	21,1	0,010	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
51	0,092	0,011	12,0	0,006	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
52	Sonuç Bildirmedi								
53	0,104	0,003	2,9	0,002	0,9	5,9	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
54	0,064	0,012	18,8	0,006	-1,2	-3,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
55	0,123	0,021	17,1	0,011	1,9	3,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
56	0,092	0,017	18,5	0,009	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
57	<LOQ								
58	0,069	0,013	18,5	0,006	-0,9	-2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
59	0,073	0,009	12,3	0,005	-0,7	-2,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
60	0,075	0,008	10,7	0,004	-0,6	-2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
61	0,091	0,015	16,5	0,008	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	
62	0,099	0,029	29,3	0,015	0,6	0,8	HAYIR	HAYIR	
63	Sonuç Bildirmedi								
64	0,090	0,007	7,8	0,004	0,1	0,7	HAYIR	HAYIR	
65	0,080	0,020	25,0	0,010	-0,4	-0,7	HAYIR	HAYIR	
66	0,099	0,016	16,2	0,008	0,6	1,4	HAYIR	HAYIR	
67	0,081	0,020	24,7	0,010	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	

Tablo 10. Kalay (Sn) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Kalay (Sn) Atanmış Değer = 8,45 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}= 0,11$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}= 0,99$)	Değerlendirme
1	8,400	0,680	8,1	0,340	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
2	9,327	2,050	22,0	1,025	0,9	0,8	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
3	7,994	0,151	1,9	0,076	-0,5	-3,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
4	8,450	1,398	16,5	0,699	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
5	10,655	2,268	21,3	1,134	2,2	1,9	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
6	8,010	1,517	18,9	0,759	-0,5	-0,6	HAYIR	HAYIR	
7	<LOQ								
8	Sonuç Bildirmedi								
9	7,691	1,264	16,4	0,632	-0,8	-1,2	HAYIR	HAYIR	
10	9,980	1,700	17,0	0,850	1,6	1,8	HAYIR	HAYIR	
11	8,500	1,300	15,3	0,650	0,0	0,1	HAYIR	HAYIR	
12	8,080	1,130	14,0	0,565	-0,4	-0,6	HAYIR	HAYIR	
13	8,985	1,078	12,0	0,539	0,5	1,0	HAYIR	HAYIR	
14	12,500	1,130	9,0	0,565	4,1	7,0	HAYIR	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden saptması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
15	8,128	0,935	11,5	0,468	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
16	7,560	0,800	10,6	0,400	-0,9	-2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptmasının fazla olduğunu göstermektedir.
17	Sonuç Bildirmedi								
18	9,013	1,328	14,7	0,664	0,6	0,8	HAYIR	HAYIR	
19	8,800	1,080	12,3	0,540	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
20	8,517	1,310	15,4	0,655	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
21	7,830	1,720	22,0	0,860	-0,6	-0,7	HAYIR	HAYIR	
22	7,640	0,764	10,0	0,382	-0,8	-2,0	HAYIR	HAYIR	
23	Sonuç Bildirmedi								
24	7,940	0,640	8,1	0,320	-0,5	-1,5	HAYIR	HAYIR	
25	10,427	1,460	14,0	0,730	2,0	2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptmasının fazla olduğunu göstermektedir.
26	Sonuç Bildirmedi								
27	8,042	1,472	18,3	0,736	-0,4	-0,6	HAYIR	HAYIR	

Kalay (Sn) Atanmış Değer = 8,45 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min}= 0,11$)	$u(x_i) > u_{\max}$ ($u_{\max}= 0,99$)	Değerlendirme
28	Sonuç Bildirmedi								
29	10,500	1,720	16,4	0,860	2,1	2,4	HAYIR	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden saptması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
30	9,600	2,300	24,0	1,150	1,2	1,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
31	8,237	0,906	11,0	0,453	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
32	8,600	2,100	24,4	1,050	0,1	0,1	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
33	7,836	2,272	29,0	1,136	-0,6	-0,5	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
34	8,400	0,400	4,8	0,200	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
35	Sonuç Bildirmedi								
36	8,234	0,906	11,0	0,453	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
37	Sonuç Bildirmedi								
38	9,510	1,900	20,0	0,950	1,1	1,1	HAYIR	HAYIR	
39	Sonuç Bildirmedi								
40	7,720	0,530	6,9	0,265	-0,7	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptmasının fazla olduğunu göstermektedir.
41	8,020	1,123	14,0	0,562	-0,4	-0,8	HAYIR	HAYIR	
42	8,190	1,100	13,4	0,550	-0,3	-0,5	HAYIR	HAYIR	
43	Sonuç Bildirmedi								
44	8,414	2,530	30,1	1,265	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
45	7,850	1,180	15,0	0,590	-0,6	-1,0	HAYIR	HAYIR	
46	9,020	1,890	21,0	0,945	0,6	0,6	HAYIR	HAYIR	
47	8,680	0,084	1,0	0,042	0,2	1,9	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
48	Sonuç Bildirmedi								
49	Sonuç Bildirmedi								
50	8,660	1,390	16,1	0,695	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
51	7,950	0,650	8,2	0,325	-0,5	-1,5	HAYIR	HAYIR	
52	Sonuç Bildirmedi								
53	8,860	0,890	10,0	0,445	0,4	0,9	HAYIR	HAYIR	

Kalay (Sn) Atanmış Değer = 8,45 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}= 0,11$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}= 0,99$)	Değerlendirme
54	8,346	1,319	15,8	0,660	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
55	17,030	2,090	12,3	1,045	8,7	8,2	HAYIR	EVET	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
56	8,690	0,350	4,0	0,175	0,2	1,1	HAYIR	HAYIR	
57	<LOQ								
58	8,394	0,903	10,8	0,452	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
59	8,840	0,920	10,4	0,460	0,4	0,8	HAYIR	HAYIR	
60	8,835	0,918	10,4	0,459	0,4	0,8	HAYIR	HAYIR	
61	8,770	0,614	7,0	0,307	0,3	1,0	HAYIR	HAYIR	
62	7,810	1,900	24,3	0,950	-0,7	-0,7	HAYIR	HAYIR	
63	Sonuç Bildirmedi								
64	8,355	1,036	12,4	0,518	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
65	7,970	0,940	11,8	0,470	-0,5	-1,0	HAYIR	HAYIR	
66	8,290	0,707	8,5	0,354	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
67	8,461	0,769	9,1	0,385	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	

Tablo 11. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
46	Lab No:46
51	Kalay (Sn) sonuç girişi kısmında yazılan rakam tarihe çevirdiği için el ile yazıldı.
53	Arsenik parametresi ICP-OES Hidrür Sistem ile analiz edilmiştir.
54	KALAY (Sn) kütle birimi 117.9 olduğu için 118 seçilmiştir.

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN014’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcılar tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 12, 13 14 ve 15’de sunulmaktadır.

Tablo 12. Kurşun (Pb) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	34	35	36	38	39
	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	54	55	56	57	58
	59	60	61	62	63	64	65	66	67								
Hayır	17	20	33														

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	38
	39	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	54	55	56	57	58
	61	62	63	64	65	66											
Ulusal Standart	3	25	42														
İşletme-içi	59	60	67														

Metot Adı

NMKL 186	1	2	4	5	6	7	9	10	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	21	22	23	24	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	43	44	45
	46	47	49	54	55	58	62	64	65	66							
NMKL 161	26	31	35	39	48	50	51	56	57	61	63						
AOAC 999.10	28																
KALSOP333	59																
TS EN 15763	25																
TS EN 14082	42																
SOP EAL025	60																
DPPTLE10	67																
Belirtilmemiş	3	11															

Numune Miktarı

<1	2	3	4	5	6	7	9	12	13	14	15	16	18	19	21	25	26
	29	31	35	38	39	40	41	43	44	45	46	47	48	49	51	54	55
	58	59	61	63	64	65	66	67									
1 ≤ -- < 2	10	11	17	20	22	23	24	27	28	30	32	33	36	50	56	57	60
	62																
2 ≤ -- < 5	1	34															
5 ≤ -- < 10	42																

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
	38	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	54	55	56	57	58
	59	60	62	63	64	65	66	67									

Yaş Yakma	13	39	61														
Kuru Külleme	42																

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	1	2	5	9	12	13	14	17	19	20	24	27	28	30	31	32	34
	35	39	40	43	44	45	46	48	49	50	54	55	59	60	61	62	63
	66	67															
HNO ₃	4	10	15	21	22	25	26	29	33	38	41	47	51	56	57	58	64
	65																
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	3	6	11	23	36												
HNO ₃ +HCl	7	16	18														
HCl	42																

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41
	42	43	44	45	46	47	49	50	54	55	57	58	59	60	62	64	65
	66	67															
Pd	28	48															
Mg(NO ₃) ₂	39																
NH ₄ H ₂ PO ₄	26	31	35	51	56	61	63										

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41
	43	44	45	46	49	54	55	58	62	64	65	66	67				
ICP-OES	57	59	60														
Grafit Fırın-AAS	26	28	31	35	39	48	50	51	56	61	63						
Alev-AAS	42	47															

Dalga Boyu (nm)

217,0	42																
220,3	57	59	60														
283,3	26	28	31	39	50	56	61	63									
Belirtilmemiş	35	48	51														
Diğer	47																

Kütle (amu)

206	36	58	64														
207	54																
208	2	3	4	5	6	9	10	11	14	15	19	20	21	22	23	24	25
	27	29	30	32	33	34	38	40	46	55	62	65	66	67			
206,207,208	1	12	18	41	49												
Belirtilmemiş	7	13	16	17	43	44	45										

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	3	4	6	9	11	13	14	18	23	24	31	32	34	36	39	41	45
	50	58	61	62	65												
≥0,01-<0,1	1	2	5	7	10	12	15	16	19	20	21	22	25	26	27	28	29
	30	35	38	40	42	43	44	46	47	48	49	51	54	55	56	57	59
	60	63	64	66	67												
≥1,0-<10	33																

Belirtilmemiş	17																	
---------------	----	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Tablo 13. Kadmiyum (Cd) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	34	35	36	38	40
	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	56	57	58
	59	60	61	62	63	64	65	66	67								
Hayır	17	20	33	39													

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	38
	39	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	54	55	56	57	58
	61	62	63	64	65	66											
Ulusal Standart	3	25	42														
İşletme-içi	53	59	60	67													

Metot Adı

NMKL 186	1	2	4	5	6	7	9	10	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	21	22	23	24	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	43	44	45
	46	49	54	55	58	62	64	65	66								
NMKL 161	26	31	35	39	47	48	50	51	56	57	61	63					
AOAC999.10	28																
KALSOP333	59																
TS EN 15763	25																
TS EN 14082	42																
SOP EAL025	60																
DPPTTLE10	67																
Belirtilmemiş	3	11															
JAOAC Int 2000	53																

Numune Miktarı

<1	2	3	4	5	6	7	9	12	13	14	15	16	18	19	21	25	26
	29	31	35	38	39	40	41	43	44	45	46	47	48	49	51	53	54
	55	58	59	61	63	64	65	66	67								
1 ≤ -- < 2	10	11	17	20	23	24	27	28	30	32	33	36	50	56	57	60	62
2 ≤ -- < 5	1	22	34														
5 ≤ -- < 10	42																

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
	38	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	56	57
	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67							
Yaş Yakma	13	39															
Kuru Külleme	42																

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	1	2	5	9	12	13	14	17	19	20	24	27	28	30	31	32	34
	35	39	40	43	44	45	46	48	49	50	54	55	59	60	61	62	63
	66	67															
HNO ₃	4	10	15	21	22	25	26	29	33	38	41	47	51	53	56	57	58
	64	65															
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	3	6	11	23	36												
HNO ₃ +HCl	7	16	18														
HCl	42																

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	26	27	29	30	31	32	33	34	36	38
	40	41	42	43	44	45	46	47	49	50	53	54	55	57	58	59	60
	62	64	65	66	67												
Pd	28	48	56	61													
Mg(NO ₃) ₂	39																
NH ₄ H ₂ PO ₄	35	51	63														

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41
	43	44	45	46	49	54	55	58	62	64	65	66	67				
ICP-OES	47	53	57	59	60												
Grafit Fırın-AAS	26	28	31	35	39	48	50	51	56	61	63						
Alev-AAS	42																

Dalga Boyu (nm)

226,49	47																
228,8	26	28	31	39	42	50	53	56	57	59	60	61	63				
Belirtilmemiş	35	48	51														

Kütle (amu)

111	1	2	3	4	5	6	9	10	11	12	14	15	18	19	20	21	22
	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	46	49	62	64
	65	66	67														
112	55																
110	54	58															
Belirtilmemiş	7	13	16	17	43	44	45										

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	4	6	9	11	12	13	14	18	22	23	24	31	32	34	36	39	41
	44	45	47	56	58	61	62	63	65								
≥0,01-<0,1	1	2	5	7	10	15	16	19	20	21	25	26	27	28	29	30	35
	40	42	43	46	48	49	50	51	53	54	55	57	59	60	64	66	67
≥0,1-<1	3																
≥1-<10	33																
Belirtilmemiş	17																
Diğer	38																

Tablo 14. Arsenik (As) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	18	19	21	23
	24	25	26	27	28	29	30	31	32	34	36	38	40	41	43	44	45
	46	47	48	49	50	51	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	64
	65	66	67														
Hayır	2	16	17	20	22	33	39										

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	26	27	28	29	30	31	32	33	34	36	38	39
	40	41	43	44	45	46	47	48	49	54	55	56	57	58	61	62	64
	65	66															
İşletme-içi	53	59	60	67													
Ulusal Standart	3	25	50	51													

Metot Adı

NMKL 186	1	2	4	5	6	7	9	10	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	21	22	23	24	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	43	44	45
	46	49	54	55	58	62	64	65	66								
NMKL 161	26	31	39	57	61												
NMKL 166	47	48	56														
AOAC999.10	28																
KALSOP333	59																
TS EN 14546	51																
TS EN 15763	25																
TS EN 14627	28	50															
SOP EAL025	60																
DPPTTLE10	67																
Belirtilmemiş	3	11															
JAOAC Int 2000	53																

Numune Miktarı

<1	2	3	4	5	6	7	9	12	13	14	15	16	18	19	21	25	26
	29	31	38	39	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54
	55	58	59	61	64	65	66	67									
1≤<2	10	11	17	20	23	24	27	28	30	32	33	36	56	57	60	62	
2≤<5	1	22	34														

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	14	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	36	38
	40	41	43	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	56	57	58
	59	60	61	62	64	65	66	67									
Yaş Yakma	13	39															

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	1	2	5	9	12	13	14	17	19	20	24	27	28	30	31	32	34
---	---	---	---	---	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

	39	40	43	44	45	46	48	49	50	54	55	60	61	62	66	67	
HNO ₃	3	4	10	15	21	22	25	26	29	33	38	41	47	51	53	56	57
	58	64	65														
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	6	11	23	36	59												
HNO ₃ + HCl	7	16	18														

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41
	43	44	45	46	47	49	50	51	53	54	55	57	58	59	60	62	64
	65	66	67														
Pd	26	28	31	48	56	61											
Mg(NO ₃) ₂	39																

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41
	43	44	45	46	49	54	55	58	62	64	65	66	67				
ICP-OES	47	53	57	59	60												
Grafit Fırın-AAS	26	31	39	48	56	61											
Alev-AAS	28	51															
Diğer	50																

Dalga Boyu (nm)

193,7	53	56	57	59													
193,695	28	31	39	47	60												
Belirtilmemiş	48	51															
Diğer	26	50	61														

Kütle (amu)

75	1	2	3	4	5	6	9	10	11	12	14	15	18	19	20	21	22
	23	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	46	49	54	55
	58	62	64	65	66	67											
Belirtilmemiş	7	13	16	17	43	44	45										

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	3	4	6	9	11	13	14	18	22	23	24	31	32	34	39	41	47
	56	58	61	62	65												
≥0,01-<0,1	1	5	7	10	12	15	16	19	20	21	26	27	29	30	36	40	43
	44	46	49	50	51	53	54	55	57	59	60	66	67				
≥0,1-<1	2	28	48	64													
≥1,0-<10	33																
Belirtilmemiş	17	25															
Diğer	38	45															

Tablo 15. Kalay (Sn) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	18	19	21	22	24
	25	27	29	30	31	32	34	36	38	40	41	42	44	45	46	47	50
	51	53	54	55	56	59	60	61	62	64	65	66	67				
Hayır	1	2	16	20	33	57	58										

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19	20
	21	22	24	27	29	30	31	32	33	34	36	38	40	41	44	45	46
	47	50	51	54	55	56	57	58	61	62	64	65	66				
Ulusal Standart	3	25	42														
İşletme-içi	53	59	60	67													

Metot Adı

NMKL 186	1	2	4	6	7	9	10	13	14	16	18	22	24	30	32	34	41
	44	46	54	62	64	65	46										
NMKL 191	5	12	15	19	20	21	27	29	33	36	38	40	55	58	66		
NMKL 190	31	50	51	56													
AOAC999.10	28																
KALSOP333	59																
TS EN 14082	42																
TS EN 15763	25																
SOP EAL025	60																
DPPTTLE10	67																
Belirtilmemiş	3	11															
JAOAC Int 2000	53																

Numune Miktarı

<1	2	3	4	5	6	7	9	12	13	14	15	16	18	19	21	25	29
	31	38	41	44	45	46	47	51	53	54	55	56	59	61	64	65	66
	67																
$1 \leq - < 2$	10	11	20	22	24	27	30	32	33	36	40	57	58	60	62		
$2 \leq - < 5$	1	34	50														
$5 \leq - < 10$	42																

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	14	15	16	18	19	20
	21	22	24	25	27	29	30	31	32	33	34	36	38	40	41	44	45
	46	47	50	51	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	64	65	66
	67																
Yaş Yakma	13																
Kuru Külleme	42																

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	1	2	5	13	16	24	30	31	32	34	44	45	46	50	54	59	61
	66																
HNO ₃	3	4	15	22	25	33	40	41	47	51	53	57	64	65	67		
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	6	9	11	19	36	62											
HNO ₃ +HCl	7	10	12	14	18	20	21	27	29	38	55	56	58	60			
HCl	42																

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	42	44
	45	46	47	50	53	54	55	57	58	59	60	62	64	65	66	67	
Pd	31	51	61														
NH ₄ H ₂ PO ₄ +Pd	56																

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	24	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	44	46
	54	55	58	62	64	65	66	67									
ICP-OES	45	47	53	57	59	60											
Grafit Fırın- AAS	31	51	56	61													
Alev-AAS	42	50															

Dalga Boyu (nm)

189,927	53	59	60														
189,989	57																
224,6	42	50															
283,9	45	47															
286,3	31	56	61														
Belirtilmemiş	51																

Kütle (amu)

117	5																
118	1	2	3	4	6	9	10	11	12	14	15	18	19	20	21	22	24
	25	27	29	30	32	33	34	36	38	40	41	46	54	55	58	62	64
	65	66	67														
Belirtilmemiş	7	13	16	44													

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	3	4	6	13	38	56	61										
≥0,01-<0,1	9	11	12	19	21	45	58	67									
≥0,1-<1,0	1	2	14	16	22	24	25	27	30	32	34	41	46	54	62	65	
≥1-<10	10	15	18	20	29	33	36	40	42	44	47	50	51	53	55	59	60
	64	66															
≥10-<100	5	7	31	57													

7. GÖZLEMLER

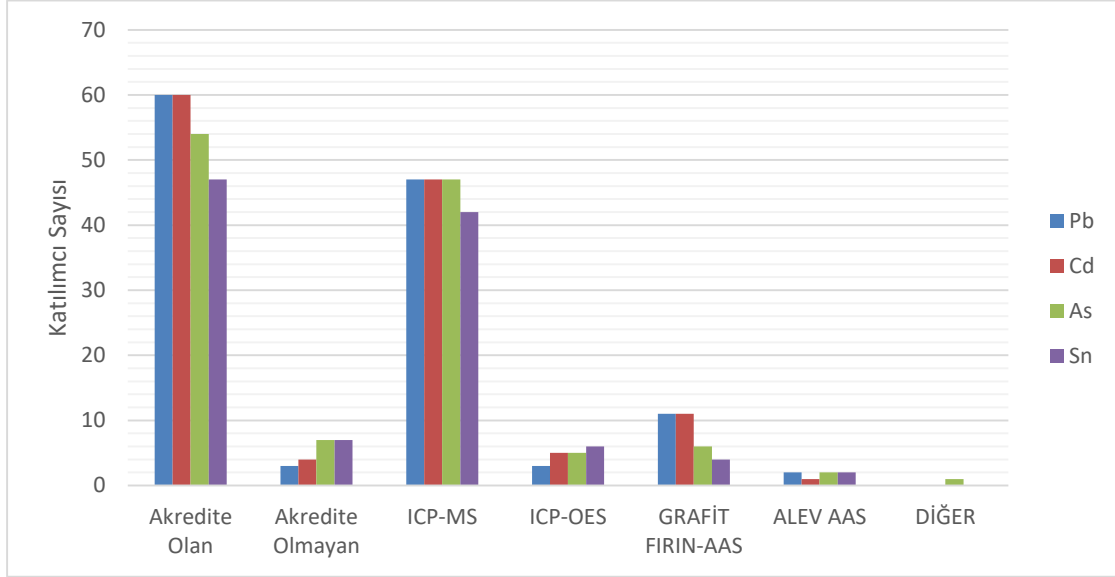
Kamu ve özel laboratuvarların başvurusu ile toplam 67 katılımcı ile düzenlenen MİN014 çevrimine üç katılımcı laboratuvar cihaz arızası sebebi ile sonuç göndermemiştir. Çevrim sonucunda katılımcılardan bir tanesi Kurşun (Pb) analizinde, dört tanesi ise Kalay (Sn) analizinde uygun olmayan z-skor almıştır. Katılımcı laboratuvarlardan bir tanesi tüm analitler için <LOQ, bir tanesi ise Kalay (Sn) elementi için <LOQ şeklinde sonuç vermiştir. Bu laboratuvarların vermiş oldukları LOQ seviyesi ile YT numunesinin içeriğindeki bahsi geçen elementler için sonuç veremeyecekleri anlaşılmıştır. Katılımcı laboratuvarların ölçüm belirsizliği yönünden incelendiğinde zeta-skoru başarı yüzdeleri z-skoru başarı yüzdelerine göre düşüktür. Katılımcıların ölçüm belirsizliği verilerinin değerlendirildiği zeta-skorunda başarı oranının Kurşun (Pb) için % 82, Kadmiyum (Cd) için % 76, Arsenik (As) için % 66, ve Kalay (Sn) için % 86 olduğu görülmektedir. Zeta skoru yönünden başarısız olan laboratuvarların ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir. Katılımcı laboratuvarların ölçüm belirsizliği sonuçları değerlendirildiğinde bazı katılımcıların kabul edilebilir ölçüm belirsizliğinin çok altında ya da çok üstünde ölçüm belirsizliği değeri bildirdiği görülmüştür. Bu durum analiz sonucunun güvenilirliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Ölçüm belirsizliği analiz sonucunun bileşenlerinden biri olduğu bu parametrenin de kabul edilebilir sınırlar içerisinde olması analiz güvenilirliği için önem arz etmektedir. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabı yapılırken azami özen gösterilmelidir.

Gıdalarda ICP-MS ile element analizi yapılması için önerilen güncel metot 5 Haziran 2023 tarihinde Avrupa Birliği resmi metodu olarak yayımlanmıştır. Ülkemizde de bu standart 8 Kasım 2023 tarihinde TS EN 17851: Gıda Maddeleri - Elementler ve Kimyasal Türlerinin Belirlenmesi - Gıda Maddelerinde Ag, As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U ve Zn'nin Basınç Altında Sindirildikten Sonra İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometresi (ICP-MS) ile Tayini başlığı ile standart metot olarak kabul edilmiştir. Laboratuvarlarımızın gıdalarda çoklu element analizinde validasyon-verifikasyon çalışmalarında bu güncel metodun kullanılması tavsiye edilmektedir.

Kalay elementinin analizi sırasında geri kazanım değerinin doğru olabilmesi için yakma esnasında HNO₃ asidin yanında ayrıca 0,5-1 mL HCl asit ilavesinin yapılması standart metotlar tarafından (NMKL 191 ve TS EN 15765) önerilmektedir. HCl asit ilavesi yapılmadığı durumlarda örnek içerisindeki Kalay (Sn) miktarı az çıkabilmektedir. Dolayısıyla bu hususa dikkat edilmesi önem arz etmektedir.

MİN014 YT çevrimde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Kalay (Sn) analizleri için akredite metot kullanımı ve metoda ilişkin durum özeti, katılımcı sayılarına göre Şekil 9'da verilmektedir. Şekil 9'da görüldüğü üzere katılımcı laboratuvarlarımızın tamamına yakını analizlerde akreditedir. Cihaz

olarak en çok ICP-MS kullanılmaktadır. Ülkemizde element analizlerinde ICP-MS teknolojinin kullanımının yaygınlaşması analizlerin güvenilirliği açısından faydalı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 9. Katılımcıların metot ve cihaz kullanım durumları

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons.
- 3 Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386.
- 4 TÜRKAĞ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev.No:12 21.11.2023