



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

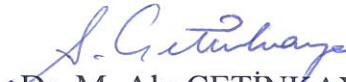
Balık Yağında Dioksin ve PCB
UGRL YT Raporu- DIO001
Haziran 2019

GENEL BİLGİLER**YT Çevrimi Adı:** Balık Yağında Dioksin ve PCB**YT Çevrimi Kodu:** DIO001**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 09/04/2019**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 10/05/2019**Rapor Yayın Tarihi:** 26/06/2019**Raporu Hazırlayan(lar):**


Devrim KILIÇ
Dioksin Birimi

Çevrim Koordinatörü:


Devrim KILIÇ
Dioksin Birim Sorumlusu

YT Koordinatörü:


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

Tel.: 0312 327 41 81 / 1149**e-posta:** alp.cetinkaya@tarimorman.gov.tr**Raporu Onaylayan:**


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

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:** ugri@tarimorman.gov.tr**Web:** http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	6
1. GİRİŞ	9
2. GİZLİLİK.....	9
3. TEST MATERYALİ.....	10
3.1. HAZIRLAMA	10
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	10
3.3. DAĞITIM.....	11
4. SONUÇLAR	11
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	12
5.1. ATANMIŞ DEĞER	12
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	12
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	12
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	13
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	65
7. GÖZLEMLER	65
8. REFERANSLAR.....	66

TABLolar

- Tablo 1. DIO001 Yeterlilik Testi Yem için Özet Sonuçlar
- Tablo 2. .DIO001 Yeterlilik Testi Gıda için Özet Sonuçlar
- Tablo 3. Homojenlik Özet Tablosu
- Tablo 4. Kararlılık Özet Tablosu
- Tablo 5. Atanmış değer tablosu (Yem için)
- Tablo 6. Atanmış Değer Tablosu (Gıda için)
- Tablo 7. Toplamlar için Katılımcı Sonuçları (Yem için)
- Tablo 8. Toplamlar için Katılımcı z-Skorları (Yem için)
- Tablo 9. Toplamlar için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)
- Tablo 10. Toplamlar için Katılımcı z-skorları (Gıda için)
- Tablo 11. PCDD/F için Katılımcı Sonuçları (Yem için)
- Tablo 12. PCDD/F için z-skorları (Yem için)
- Tablo 13. PCDD/F için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)
- Tablo 14. PCDD/F için z-skorları (Gıda için)
- Tablo 15. PCB'ler için Katılımcı Sonuçları (Yem için)
- Tablo 16. PCB'ler için z-skorları (Yem için)
- Tablo 17. PCB'ler için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)
- Tablo 18. PCB'ler için z-skorları (Gıda için)

ŞEKİLLER

- Şekil 1. 2,3,7,8-TCDF için z-skor histogramları
- Şekil 2. 1,2,3,7,8-PeCDF için z-skor histogramları
- Şekil 3. 2,3,4,7,8-PeCDF için z-skor histogramları
- Şekil 4. 1,2,3,4,7,8-HxCDF için z-skor histogramları
- Şekil 5. 1,2,3,6,7,8-HxCDF için z-skor histogramları
- Şekil 6. 2,3,4,6,7,8-HxCDF için z-skor histogramları
- Şekil 7. 1,2,3,7,8,9-HxCDF için z-skor histogramları
- Şekil 8. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF için z-skor histogramları
- Şekil 9. 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF için z-skor histogramları
- Şekil 10. OCDF için z-skor histogramları
- Şekil 11. 2,3,7,8-TCDD için z-skor histogramları
- Şekil 12. 1,2,3,7,8-PeCDD için z-skor histogramları
- Şekil 13. 1,2,3,4,7,8-HxCDD için z-skor histogramları
- Şekil 14. 1,2,3,6,7,8-HxCDD için z-skor histogramları
- Şekil 15. 1,2,3,7,8,9-HxCDD için z-skor histogramları
- Şekil 16. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD için z-skor histogramları
- Şekil 17. OCDD için z-skor histogramları
- Şekil 18. PCB81 için z-skor histogramları
- Şekil 19. PCB77 için z-skor histogramları
- Şekil 20. PCB126 için z-skor histogramları
- Şekil 21. PCB169 için z-skor histogramları
- Şekil 22. PCB 123 için z-skor histogramları
- Şekil 23. PCB 118 için z-skor histogramları
- Şekil 24. PCB 114 için z-skor histogramları
- Şekil 25. PCB 105 için z-skor histogramları
- Şekil 26. PCB 167 için z-skor histogramları
- Şekil 27. PCB 156 için z-skor histogramları
- Şekil 28. PCB 157 için z-skor histogramları
- Şekil 29. PCB 189 için z-skor histogramları
- Şekil 30. PCB 028 için z-skor histogramları
- Şekil 31. PCB 052 için z-skor histogramları
- Şekil 32. PCB 101 için z-skor histogramları
- Şekil 33. PCB 153 için z-skor histogramları
- Şekil 34. PCB 138 için z-skor histogramları
- Şekil 35. PCB 180 için z-skor histogramları
- Şekil 36. TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ için z-skor histogramları
- Şekil 37. TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ için z-skor histogramları
- Şekil 38. TOPLAM I-PCB (ICES 6) için z-skor histogramları

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından “Balık Yağında Dioksin ve PCB” yeterlilik test çevrimi (1)’i kamu ve (11)’i özel laboratuvar olmak üzere toplam (12) laboratuvarın başvurusu ile düzenlenmiştir.

Dioksin ve PCB içeriklerinin analiz edilmesi amacıyla DIO001 kodlu balık yağında dioksin ve PCB yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 09/04/2019 tarihinde gönderilmiştir. Sonuçlar 10/05/2019 tarihine kadar bildirilmiştir.

Sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değerler hesaplanarak katılımcıların performansı ortaya konmuştur. Tablo 1 ve Tablo 2’de özet sonuçlar verilmiştir.

Tablo 1. DIO001 Yeterlilik Testi Yem için Özet Sonuçlar

Analit	Atanmış değer (x_{pt})*	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
2,3,7,8-TCDF	3,27	10	10	100
1,2,3,7,8-PeCDF	1,31	10	10	100
2,3,4,7,8-PeCDF	2,34	10	10	100
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,41	8	10	80
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,55	9	10	90
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,63	9	10	90
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,08	6	10	60
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,21	7	10	70
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,09	8	10	80
OCDF	0,15	5	10	50
2,3,7,8-TCDD	0,25	9	10	90
1,2,3,7,8-PeCDD	0,52	10	10	100
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,15	6	10	60
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,29	8	10	80
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,13	8	10	80
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,2	7	10	70
OCDD	0,3	6	10	60
PCB81	6,84	10	10	100
PCB77	212,05	9	10	90
PCB126	46,04	10	10	100
PCB169	10,69	10	10	100
PCB 123	80,1	7	10	70
PCB 118	4105,55	10	10	100
PCB 114	100,52	10	10	100
PCB 105	1828,48	10	10	100
PCB 167	234,39	9	10	90
PCB 156	400,39	10	10	100
PCB 157	116,53	9	10	90
PCB 189	39,32	9	10	90
PCB 028	2,19	10	10	100
PCB 052	2,31	10	10	100
PCB 101	3,82	10	10	100
PCB 153	7,56	10	10	100
PCB 138	5,63	10	10	100
PCB 180	2,18	10	10	100
Toplam PCDD/F-WHO-TEQ (ng/kg % 88 KM'de)	1,86	10	10	100
Toplam PCDD/F&DL-PCB-WHO-TEQ (ng/kg % 88 KM'de)	6,38	10	10	100
Toplam İnd. PCB (µg/kg % 88 KM'de)	20,81	10	10	100

*Toplam sonuçları %88 KM'de verilmiştir. Bileşenlerin sonuçları için %88 KM düzeltmesi yapılmamıştır.

Tablo 2. DIO001 Yeterlilik Testi Gıda için Özet Sonuçlar

Analit	Atanmış değer (x_{pt})	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
2,3,7,8-TCDF	3,31	12	12	100
1,2,3,7,8-PeCDF	1,31	12	12	100
2,3,4,7,8-PeCDF	2,39	12	12	100
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,41	10	12	83
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,56	11	12	92
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,64	11	12	92
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,08	6	12	50
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,22	10	12	83
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,08	6	12	50
OCDF	0,2	7	12	58
2,3,7,8-TCDD	0,26	11	12	92
1,2,3,7,8-PeCDD	0,53	12	12	100
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,17	7	12	58
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,3	10	12	83
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,17	7	12	58
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,22	10	12	83
OCDD	0,32	6	12	50
PCB81	7,07	11	12	92
PCB77	215,11	11	12	92
PCB126	47,04	12	12	100
PCB169	10,84	12	12	100
PCB 123	73,35	9	12	75
PCB 118	4099	12	12	100
PCB 114	102,19	12	12	100
PCB 105	1808,48	12	12	100
PCB 167	239,55	11	12	92
PCB 156	394,41	12	12	100
PCB 157	113,89	11	12	92
PCB 189	38,59	11	12	92
PCB 028	2,2	12	12	100
PCB 052	2,29	12	12	100
PCB 101	3,75	12	12	100
PCB 153	7,47	12	12	100
PCB 138	5,64	12	12	100
PCB 180	2,14	11	12	92
Toplam PCDD/F-WHO-TEQ (pg/g yağ)	2,14	12	12	100
Toplam PCDD/F&DL-PCB-WHO-TEQ (pg/g yağ)	7,39	12	12	100
Toplam İnd. PCB (ng/g yağ)	23,3	12	12	100

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 Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkrada b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” ‘in kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

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 materyali olarak doğal kontamine balık yağları gıdalar açısından ML değerleri civarına denk gelecek şekilde karıştırılmış olup, karışım tortu oluşumu vb. gibi homojeniteyi etkileyecek unsurları gözlemlemek için 2 gün süreyle dinlenmeye bırakılmıştır. 2 gün sonunda hiç tortu gözlemlenmemiş olup tam karışım sağlanmıştır. Berrak karışım 35 farklı şişeye, her şişede yaklaşık 35 g olacak şekilde paylaştırılmıştır. Şişeler oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Homojenliğin doğrulanması için, rastgele seçilen 10 adet şişeden her bir şişeden 2 defa olmak üzere 20 analiz gerçekleştirilmiştir. Homojenlik, ISO 13528'e göre değerlendirilmiştir (1). Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterilmiştir. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 3'te de verilmiştir.

Tablo 3. Homojenlik Özet Tablosu

Homojenite Özet Bilgi (Gıda için)			
ISO 13528'e göre	Toplam PCDD/F	Toplam PCDD/F&DL-PCB	Toplam İnd. PCB
Ortalama	1,95	6,75	22,36
σ_{pt}	0,29	1,01	4,47
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,09	0,30	1,34
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,06	0,16	0,35
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,03	0,12	0,37
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,06	0,13	0,23
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	GEÇER	GEÇER

Yeterlilik test materyalleri hazırlandıktan sonra oda sıcaklığında muhafaza edilmiş ve sonuçların son bildirim tarihi olan 10/05/2019 tarihinden sonraki ilk iş gününde kararlılığın tespiti açısından yeniden analiz edilmiştir. Çift tekrarlı 4 analiz gerçekleştirilmiştir.(2).

Değerlendirme ISO 13528'e göre yapılarak belirtilen sürelerde test materyalinin yeterli kararlılığa sahip olduğu gösterilmiştir. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 4'te de verilmiştir.

Tablo 4. Kararlılık Özet Tablosu

Kararlılık Testi Özeti (Gıda için)						
Parametre	Toplam PCDD/F		Toplam PCDD/F&dl-PCB		Toplam İnd. PCB ICES6	
	t1 (0. Gün)	t2 (60. Gün)	t1 (0. Gün)	t2 (60. Gün)	t1 (0. Gün)	t2 (60. Gün)
N	20	8	20	8	20	8
Ortalama	1,95	1,90	6,75	7,02	22,36	21,19
y1 - y2		0,052		0,274		1,171
y1 - y2 ≤ 0,3σ _{pt}		GEÇER		GEÇER		GEÇER

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali ambalajlanarak katılımcılara kargo yolu ile gönderilmiştir. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU’ da katılımcılara iletilmiştir. Katılımcılardan olası bir gecikme ve olumsuzluk geri bildirimini istenmiş olup herhangi bir olumsuzluk bildirilmemiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan yeterlilik test materyalini hem gıda hem de yem olarak iki farklı şekilde değerlendirmeleri ve bulunan sonuçları ölçüm belirsizliklerini de dikkate alarak mevzuata göre değerlendirmeleri istenmiştir. 12 katılımcının tümü gıda için sonuç verirken sadece 10 tanesi yem olarak sonuç verip değerlendirme yapmıştır. 6 ve 8 kodlu katılımcılar yem için sonuç vermemiştir.

3 ve 4 kodlu katılımcılar İndikatör PCB bileşenleri için birimi dikkate almadan 1000 kat yüksek değer girmişlerdir. Söz konusu laboratuvarlarla iletişime geçilip yapılan bu kaba hatanın düzeltilmesi sağlanmıştır.

Her bir katılımcı için, sonuçlar, bildirilen LOQ ve KM değerleri dikkate alınarak tarafımızca da hesaplanmıştır. Atanmış değerler ve toplam için z skorları hesaplanmış değerler kullanılarak üretilmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından elde edilen uzlaşma değeri kullanılmıştır. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirilmiştir. Kaba hata tespiti, kuru madde sonucuna göre düzeltme, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapılmıştır. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma Huber H15 (c: 1,5 ve yakınsama ölçütü: 1e-4) yöntemiyle belirlenmiştir (3, 4). Sağlam ortalama atanmış değer (x_{pt}) olarak alınmıştır ve belirsizliği $u(x_{pt})$ sağlam standart sapma ile hesaplanmıştır (1). Atanmış değer belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

s*: Sağlam (robust) standart sapma

p: katılımcılardan gelen geçerli sonuç sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır.

$$\sigma_{pt} = RSD \times c$$

RSD: TGK belirli gıdalarda dioksinlerin, dioksin benzeri PCB'lerin ve dioksin benzeri olmayan PCB'lerin seviyesinin resmi kontrolü için numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri tebliği (6)'nde belirtilen tekrar üretilebilirlik sınır değeri esas alınmıştır. Bu değer dioksin, furan, dioksin benzeri PCB'ler için 0,15; indikatör PCB'ler için 0,20'dir.

c: analit konsantrasyonu (atanmış değer)

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre z-skoru cinsinden ifade edilmiştir (1).

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

x_i : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını yeterlilik standart sapması yardımıyla kıyaslayan z-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmıştır:

$|z| \leq 2$ Uygun sonuç

$2 < |z| < 3$ Sorgulanabilir sonuç

$|z| \geq 3$ Uygun olmayan sonuç

Bazı bileşenler için atanmış değer belirsizliği yeterlilik standart sapmasının 0,3 katından büyük olduğu için ($u(x_{pt}) > 0,3 \times \sigma_{pt}$) belirsizlik performans skoruna yansıtılarak z'-skoru hesaplanmıştır. Her bir bileşen için kullanılan performans skoru (z veya z' skoru) histogramlar üzerinde görülmektedir. z'skorunun da yorumlanması z-skoru gibidir.

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

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için atanmış değerler, belirsizlik ve yeterlilik standart sapmaları yem için Tablo 5'de, gıda için Tablo 6'da verilmiştir.

Toplam PCDD/F, Toplam PCDD/F ve DL-PCB ve Toplam İndikatör PCB sonuçları bildirilen ve hesaplanan sonuçları içerecek şekilde, yemler için Tablo 7'de, gıdalar için Tablo 9'da verilmiştir. Söz konusu toplam değerler için katılımcıların z skorları sadece hesaplanan değerler üzerinden üretilmiş olup yemler için Tablo 8'de, gıdalar için Tablo 10'da verilmiştir.

Katılımcıların her bir dioksin ve furan bileşeni için bildirdiği değerler ve bu bileşenler için hesaplanan z skorları yem ve gıda için ayrı ayrı olarak sırasıyla Tablo 11, Tablo 12, Tablo 13 ve Tablo 14'de verilmiştir.

Katılımcıların her bir PCB bileşeni için bildirdiği değerler ve bu bileşenler için hesaplanan z skorları yem ve gıda için ayrı ayrı olarak sırasıyla Tablo15, Tablo 16, Tablo 17 ve Tablo 18’de verilmiştir.

Yem ve gıda için, 35 bileşenin her birinin; ayrıca Toplam PCDD/F, Toplam PCDD/F ve DL-PCB ve Toplam İndikatör PCB’lerin z-skoru sonuçları ayrı ayrı olarak histogram halinde gösterilmiştir.

Tablo 5. Atanmış değer tablosu (Yem için)

	Atanmış Değer (x_{pt})	Belirsizlik $u(x_{pt})$	Yeterlilik Standart Sapması (σ_{pt})	Veri Sayısı (n)
2,3,7,8-TCDF	3,27	0,15	0,49	10
1,2,3,7,8-PeCDF	1,31	0,06	0,20	10
2,3,4,7,8-PeCDF	2,34	0,15	0,35	10
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,41	0,06	0,06	10
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,55	0,04	0,08	10
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,63	0,06	0,09	10
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,08	0,03	0,01	10
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,21	0,02	0,03	10
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,09	0,04	0,01	10
OCDF	0,15	0,06	0,02	10
2,3,7,8-TCDD	0,25	0,03	0,04	10
1,2,3,7,8-PeCDD	0,52	0,06	0,08	10
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,15	0,04	0,02	10
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,29	0,05	0,04	10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,13	0,03	0,02	10
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,20	0,05	0,03	10
OCDD	0,30	0,10	0,04	10
PCB81	6,84	0,48	1,03	10
PCB77	212,05	9,23	31,81	10
PCB126	46,04	1,67	6,91	10
PCB169	10,69	0,48	1,60	10
PCB 123	80,10	15,26	12,02	10
PCB 118	4105,55	126,23	615,83	10
PCB 114	100,52	10,93	15,08	10
PCB 105	1828,48	53,17	274,27	10
PCB 167	234,39	21,64	35,16	10
PCB 156	400,39	16,77	60,06	10
PCB 157	116,53	5,17	17,48	10
PCB 189	39,32	2,20	5,90	10
PCB 028	2,19	0,12	0,44	10
PCB 052	2,31	0,09	0,46	10
PCB 101	3,82	0,15	0,76	10
PCB 153	7,56	0,32	1,51	10
PCB 138	5,63	0,18	1,13	10
PCB 180	2,18	0,08	0,44	10
TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (ng TEQ/kg %88 KM'de) UB hesaplanan	1,86	0,07	0,28	10
TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (ng TEQ/kg %88 KM'de) UB hesaplanan	6,38	0,16	0,96	10
TOPLAM I-PCB (ICES 6) ($\mu\text{g}/\text{kg}$ %88 KM'de) UB hesaplanan	20,81	0,51	4,16	10

Tablo 6. Atanmış Değer Tablosu (Gıda için)

	Atanmış Değer (x_{pt})	Belirsizlik $u(x_{pt})$	Yeterlilik Standart Sapması (σ_{pt})	Veri Sayısı (n)
2,3,7,8-TCDF	3,31	0,13	0,50	12
1,2,3,7,8-PeCDF	1,31	0,05	0,20	12
2,3,4,7,8-PeCDF	2,39	0,14	0,36	12
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,41	0,04	0,06	12
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,56	0,03	0,08	12
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,64	0,05	0,10	12
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,08	0,03	0,01	12
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,22	0,01	0,03	12
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,08	0,03	0,01	12
OCDF	0,20	0,07	0,03	12
2,3,7,8-TCDD	0,26	0,02	0,04	12
1,2,3,7,8-PeCDD	0,53	0,05	0,08	12
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,17	0,04	0,03	12
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,30	0,04	0,05	12
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,17	0,04	0,02	12
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,22	0,03	0,03	12
OCDD	0,32	0,12	0,05	12
PCB81	7,07	0,42	1,06	12
PCB77	215,11	8,07	32,27	12
PCB126	47,04	1,66	7,06	12
PCB169	10,84	0,44	1,63	12
PCB 123	73,35	10,40	11,00	12
PCB 118	4099,00	110,97	614,85	12
PCB 114	102,19	9,38	15,33	12
PCB 105	1808,48	58,09	271,27	12
PCB 167	239,55	17,41	35,93	12
PCB 156	394,41	15,41	59,16	12
PCB 157	113,89	5,41	17,08	12
PCB 189	38,59	1,55	5,79	12
PCB 028	2,20	0,13	0,44	12
PCB 052	2,29	0,07	0,46	12
PCB 101	3,75	0,15	0,75	12
PCB 153	7,47	0,28	1,49	12
PCB 138	5,64	0,17	1,13	12
PCB 180	2,14	0,08	0,43	12
TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (pg TEQ/ g yağ) UB hesaplanan	2,14	0,07	0,32	12
TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (pg TEQ/ g yağ) UB hesaplanan	7,39	0,20	1,11	12
TOPLAM I-PCB (ICES 6) (ng/g yağ) UB hesaplanan	23,30	0,44	4,66	12

Tablo 7. Toplamlar için Katılımcı Sonuçları (Yem için)

Kat. Kodu	TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (ng TEQ/kg %88 KM'de)		TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (ng TEQ/kg %88 KM'de)		TOPLAM I-PCB (ICES 6) (µg/kg %88 KM'de)	
	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)
1	1,60	1,41	6,54	5,76	25,78	22,70
2	1,82	1,82	6,43	6,43	20,58	20,58
3	1,90	1,90	6,45	6,46	21,19	21,19
4	1,98	1,98	6,12	6,12	20,05	20,05
5	2,09	2,09	6,10	6,10	20,52	20,52
6	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ					
7	1,83	1,82	6,69	6,68	21,25	21,25
8	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ					
9	1,79	1,80	6,80	6,81	19,27	19,27
10	1,66	1,66	6,19	6,19	19,75	19,77
11	1,91	1,84	6,29	6,22	23,31	23,31
12	2,11	2,11	6,95	7,12	20,25	20,24

Tablo 8. Toplamlar için Katılımcı z-Skorları (Yem için)

Kat. Kodu	TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (ng TEQ/kg %88 KM'de)	TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (ng TEQ/kg %88)	TOPLAM I-PCB (ICES 6) (µg/kg %88 KM'de)
	Hesaplanan (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)
1	-1,6	-0,6	0,5
2	-0,2	0,1	-0,1
3	0,1	0,1	0,1
4	0,4	-0,3	-0,2
5	0,8	-0,3	-0,1
6	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ		
7	-0,1	0,3	0,1
8	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ		
9	-0,2	0,5	-0,4
10	-0,7	-0,2	-0,3
11	-0,1	-0,2	0,6
12	0,9	0,8	-0,1

Tablo 9. Toplamlar için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)

Kat. Kodu	TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (pg TEQ/ g yağ)		TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (pg TEQ/ g yağ)		TOPLAM I-PCB (ICES 6) (ng/g yağ)	
	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Bildirilen (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)
1	1,68	1,68	6,69	6,69	26,77	26,77
2	2,06	2,07	7,30	7,30	23,36	23,36
3	2,16	2,16	7,31	7,31	24,00	24,00
4	2,24	2,24	6,93	6,93	22,72	22,72
5	2,38	2,38	6,94	6,94	23,32	23,32
6	2,22	2,22	8,10	8,10	22,78	22,77
7	2,07	2,07	7,59	7,59	24,12	24,12
8	2,29	2,29	7,89	7,89	21,91	21,91
9	2,03	2,05	7,72	7,73	21,88	21,88
10	1,89	1,89	7,03	7,03	22,44	22,44
11	2,17	2,09	7,15	7,07	26,49	26,49
12	2,39	2,39	8,09	8,08	22,99	22,98

Tablo 10. Toplamlar için Katılımcı z-skorumları (Gıda için)

Kat. Kodu	TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ (pg TEQ/ g yağ)	TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ (pg TEQ/ g yağ)	TOPLAM I-PCB (ICES 6) (ng/g yağ)
	Hesaplanan (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)	Hesaplanan (Upper Bound)
1	-1,4	-0,6	0,7
2	-0,2	-0,1	0
3	0	-0,1	0,2
4	0,3	-0,4	-0,1
5	0,7	-0,4	0
6	0,2	0,6	-0,1
7	-0,2	0,2	0,2
8	0,4	0,5	-0,3
9	-0,3	0,3	-0,3
10	-0,8	-0,3	-0,2
11	-0,2	-0,3	0,7
12	0,8	0,6	-0,1

Tablo 11. PCDD/F için Katılımcı Sonuçları (Yem için)

Kat. Kodu	PCDD/F																
	2,3,7,8-TCDF	1,2,3,7,8-PeCDF	2,3,4,7,8-PeCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	OCDF	2,3,7,8-TCDD	1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,2,3,6,7,8-HxCDD	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	OCDD
1	2,82	1,14	1,92	0,40	0,47	0,48	0,04	0,13	0,02	0,03	0,17	0,35	0,14	0,26	0,12	0,07	0,17
2	3,17	1,47	2,11	0,39	0,50	0,59	0,15	0,22	0,09	0,45	0,26	0,59	0,19	0,19	0,14	0,26	0,42
3	2,95	1,37	2,15	0,46	0,58	0,81	0,15	0,33	0,15	0,32	0,33	0,55	0,25	0,41	0,23	0,30	0,36
4	3,18	1,39	2,65	0,44	0,54	0,56	0,02	0,20	0,00	0,00	0,30	0,59	0,05	0,27	0,06	0,29	0,04
5	3,03	1,12	2,12	0,55	0,70	0,57	0,49	0,20	0,26	0,31	0,41	0,65	0,38	0,38	0,34	0,21	0,23
6	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ																
7	3,58	1,22	2,83	0,47	0,59	0,73	0,01	0,21	0,01	0,01	0,22	0,34	0,16	0,57	0,10	0,26	0,02
8	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ																
9	3,51	1,48	1,90	0,27	0,49	0,55	0,13	0,24	0,06	0,14	0,23	0,64	0,18	0,36	0,10	0,24	0,67
10	3,70	1,32	2,46	0,21	0,45	0,68	0,00	0,27	0,00	0,02	0,19	0,38	0,03	0,24	0,07	0,03	0,28
11	3,70	1,18	2,68	0,29	0,51	0,51	0,10	0,23	0,07	0,16	0,22	0,46	0,19	0,21	0,17	0,28	0,14
12	3,03	1,38	2,55	1,00	1,05	1,02	0,04	0,04	0,37	0,14	0,27	0,68	0,06	0,04	0,06	0,06	0,83

Tablo 12. PCDD/F için z-skorumları (Yem için)

Kat. Kodu	PCDD/F																
	2,3,7,8-TCDF	1,2,3,7,8-PeCDF	2,3,4,7,8-PeCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	OCDF	2,3,7,8-TCDD	1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,2,3,6,7,8-HxCDD	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	OCDD
1	-0,9	-0,8	-1,1	-0,1	-0,9	-1,4	-1,3	-2,1	-1,6	-1,7	-1,8	-1,8	-0,3	-0,5	-0,2	-2,3	-1,2
2	-0,2	0,8	-0,6	-0,2	-0,5	-0,4	2,1	0,2	0,0	4,4	0,1	0,7	0,8	-1,5	0,3	1,1	1,0
3	-0,6	0,3	-0,5	0,6	0,3	1,6	2,0	2,9	1,6	2,5	1,7	0,3	2,1	1,8	2,9	1,8	0,5
4	-0,2	0,4	0,8	0,4	-0,1	-0,7	-1,9	-0,3	-2,0	-2,2	1,0	0,7	-2,3	-0,3	-2,0	1,6	-2,3
5	-0,5	-0,9	-0,6	1,7	1,7	-0,6	12,0	-0,3	4,1	2,3	3,4	1,3	5,0	1,3	6,1	0,2	-0,6
6																	
7	0,6	-0,4	1,3	0,7	0,4	0,9	-2,1	0,0	-2,0	-2,1	-0,7	-1,9	0,1	4,2	-0,8	1,1	-2,5
8																	
9	0,5	0,8	-1,1	-1,6	-0,7	-0,7	1,3	0,6	-0,5	-0,1	-0,6	1,2	0,6	1,1	-0,8	0,7	3,2
10	0,9	0,1	0,3	-2,4	-1,1	0,4	-2,4	1,4	-2,0	-2,0	-1,4	-1,5	-2,8	-0,8	-1,7	-3,2	-0,2
11	0,9	-0,6	0,9	-1,4	-0,4	-1,1	0,4	0,5	-0,3	0,1	-0,7	-0,6	0,7	-1,2	1,2	1,4	-1,4
12	-0,5	0,4	0,6	7,1	5,5	3,5	-1,4	-4,3	6,9	-0,2	0,4	1,6	-2,0	-3,7	-2,0	-2,5	4,7

Tablo 13. PCDD/F için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)

Kat. Kodu	PCDD/F																
	2,3,7,8-TCDF	1,2,3,7,8-PeCDF	2,3,4,7,8-PeCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	OCDF	2,3,7,8-TCDD	1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,2,3,6,7,8-HxCDD	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	OCDD
1	2,86	1,16	1,95	0,41	0,47	0,49	0,11	0,20	0,13	0,48	0,17	0,35	0,31	0,32	0,31	0,17	0,82
2	3,17	1,47	2,11	0,39	0,50	0,59	0,15	0,22	0,09	0,45	0,26	0,59	0,19	0,19	0,14	0,26	0,42
3	2,95	1,37	2,15	0,46	0,58	0,81	0,15	0,33	0,15	0,32	0,33	0,55	0,25	0,41	0,23	0,30	0,36
4	3,18	1,39	2,65	0,44	0,54	0,56	0,02	0,20	0,00	0,00	0,30	0,59	0,05	0,27	0,06	0,29	0,04
5	3,03	1,12	2,12	0,55	0,70	0,57	0,49	0,20	0,26	0,31	0,41	0,65	0,38	0,38	0,34	0,21	0,23
6	3,21	1,21	2,86	0,42	0,58	0,69	0,07	0,19	0,03	0,36	0,28	0,48	0,18	0,26	0,20	0,17	0,04
7	3,58	1,22	2,83	0,47	0,59	0,73	0,01	0,21	0,01	0,01	0,22	0,34	0,16	0,57	0,10	0,26	0,02
8	3,76	1,43	2,43	0,44	0,61	0,69	0,05	0,24	0,05	0,07	0,28	0,60	0,15	0,37	0,23	0,21	0,08
9	3,51	1,48	1,90	0,27	0,49	0,55	0,13	0,24	0,06	0,14	0,23	0,64	0,18	0,36	0,10	0,24	0,67
10	3,70	1,32	2,46	0,21	0,45	0,68	0,00	0,27	0,00	0,02	0,19	0,38	0,03	0,24	0,07	0,03	0,28
11	3,70	1,18	2,68	0,29	0,51	0,51	0,10	0,23	0,07	0,16	0,22	0,46	0,19	0,21	0,17	0,28	0,14
12	3,03	1,38	2,55	1,00	1,05	1,02	0,04	0,04	0,37	0,14	0,27	0,68	0,06	0,04	0,06	0,06	0,83

Tablo 14. PCDD/F için z-skorları (Gıda için)

Kat. Kodu	PCDD/F																
	2,3,7,8-TCDF	1,2,3,7,8-PeCDF	2,3,4,7,8-PeCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,7,8,9-HxCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	OCDF	2,3,7,8-TCDD	1,2,3,7,8-PeCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDD	1,2,3,6,7,8-HxCDD	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	OCDD
1	-0,9	-0,8	-1,1	-0,1	-1,0	-1,4	0,9	-0,6	1,4	3,6	-1,9	-1,9	3,0	0,4	3,2	-1,2	3,9
2	-0,3	0,8	-0,7	-0,3	-0,6	-0,5	2,4	0,0	0,1	3,2	0,0	0,7	0,4	-1,9	-0,6	1,0	0,7
3	-0,7	0,3	-0,6	0,6	0,3	1,6	2,3	3,1	2,1	1,5	1,6	0,3	1,6	1,8	1,4	2,0	0,3
4	-0,3	0,4	0,7	0,3	-0,2	-0,8	-2,3	-0,6	-2,4	-2,6	0,9	0,7	-2,6	-0,5	-2,3	1,7	-2,2
5	-0,6	-1,0	-0,7	1,8	1,6	-0,7	14,4	-0,6	5,5	1,3	3,4	1,3	4,5	1,3	3,9	-0,2	-0,7
6	-0,2	-0,5	1,2	0,1	0,3	0,5	-0,6	-0,8	-1,7	2,0	0,5	-0,5	0,1	-0,7	0,8	-1,1	-2,2
7	0,5	-0,5	1,1	0,8	0,4	0,8	-2,5	-0,3	-2,4	-2,5	-0,9	-2,0	-0,3	4,4	-1,4	1,0	-2,4
8	0,9	0,6	0,1	0,3	0,6	0,5	-1,4	0,6	-1,1	-1,8	0,5	0,8	-0,5	1,1	1,4	-0,2	-1,9
9	0,4	0,9	-1,3	-1,9	-0,8	-0,8	1,6	0,5	-0,6	-0,8	-0,7	1,2	0,1	1,0	-1,4	0,6	2,7
10	0,8	0,0	0,2	-2,7	-1,2	0,4	-2,9	1,4	-2,5	-2,4	-1,5	-1,6	-3,1	-1,0	-2,1	-4,5	-0,3
11	0,8	-0,7	0,8	-1,7	-0,5	-1,2	0,5	0,3	-0,3	-0,6	-0,9	-0,7	0,3	-1,5	0,1	1,5	-1,4
12	-0,6	0,4	0,4	7,8	5,5	3,6	-1,6	-5,1	9,0	-0,9	0,3	1,7	-2,4	-4,3	-2,3	-3,7	4,0

Tablo 15. PCB'ler için Katılımcı Sonuçları (Yem için)

Kat. Kodu	Dioksin-benzeri PCBler												İndikatör PCBler					
	PCB81	PCB77	PCB126	PCB169	PCB 123	PCB 118	PCB 114	PCB 105	PCB 167	PCB 156	PCB 157	PCB 189	PCB 028	PCB 052	PCB 101	PCB 153	PCB 138	PCB 180
1	5,85	205,46	44,14	9,11	70,50	4571,50	82,41	1954,53	215,56	354,33	92,18	31,94	2,37	2,26	4,29	8,32	6,08	2,45
2	7,50	223,00	46,30	12,60	63,70	4010,00	104,00	1760,00	272,00	421,00	118,00	37,40	1,91	2,37	3,50	7,97	5,56	2,05
3	6,83	206,41	45,83	11,28	156,25	4072,20	134,89	1766,05	271,49	436,81	167,61	79,44	2,18	2,28	3,92	7,59	5,66	2,37
4	5,68	200,56	41,25	11,31	228,67	3731,07	78,25	1980,44	246,66	343,75	115,12	39,36	2,54	2,02	3,50	6,71	6,05	1,91
5	4,72	182,78	40,58	9,31	102,94	3972,32	66,56	1744,19	188,75	391,19	113,52	38,46	2,23	2,32	3,84	7,77	5,17	1,99
6	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ																	
7	8,33	282,61	49,37	10,09	60,25	4395,38	122,92	1860,69	1205,72	375,93	99,91	40,64	1,89	2,59	4,25	7,77	5,33	2,29
8	SONUÇ BİLDİRİLMEDİ																	
9	7,59	215,34	51,42	10,46	70,87	3992,55	115,19	1820,49	263,69	442,95	128,53	41,21	1,98	1,74	3,79	6,35	5,77	2,25
10	7,04	220,00	46,30	10,10	38,90	3820,00	72,10	1500,00	160,00	389,00	115,00	46,70	2,30	2,52	3,42	7,33	4,70	2,17
11	6,37	183,87	44,10	10,92	43,41	4495,10	102,80	2000,93	235,23	394,91	126,45	35,78	1,87	2,43	4,22	9,50	6,17	2,30
12	8,07	237,78	51,07	11,89	80,40	4006,88	126,08	1760,44	178,20	454,04	115,74	34,48	2,66	2,29	3,48	7,00	5,52	2,03

Tablo 16. PCB'ler için z-skorları (Yem için)

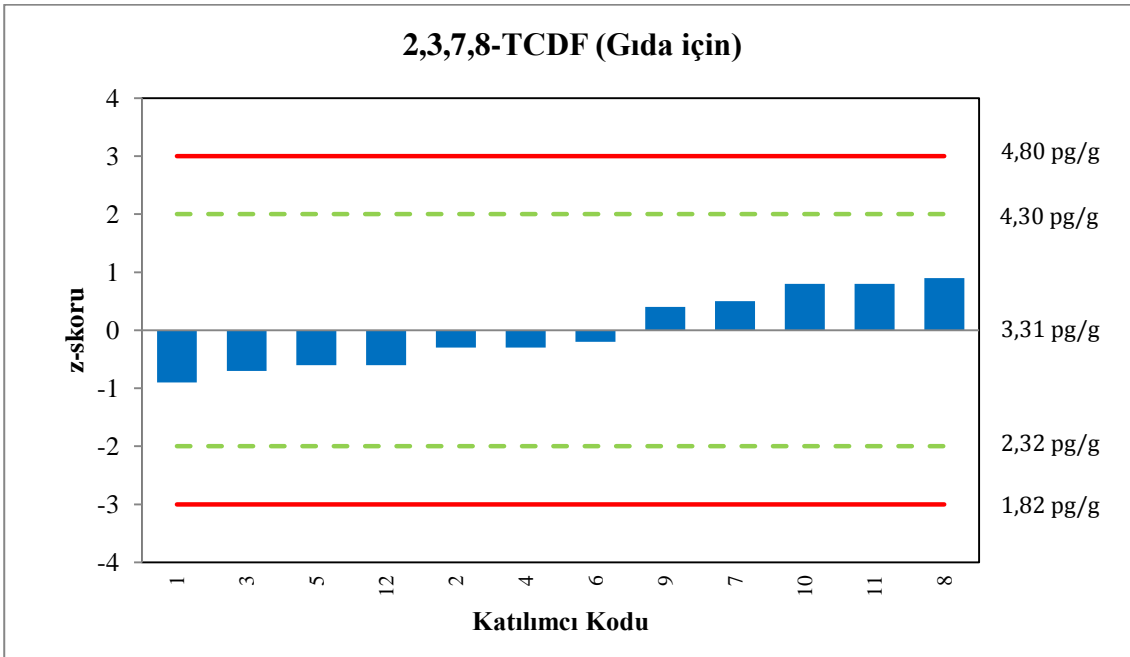
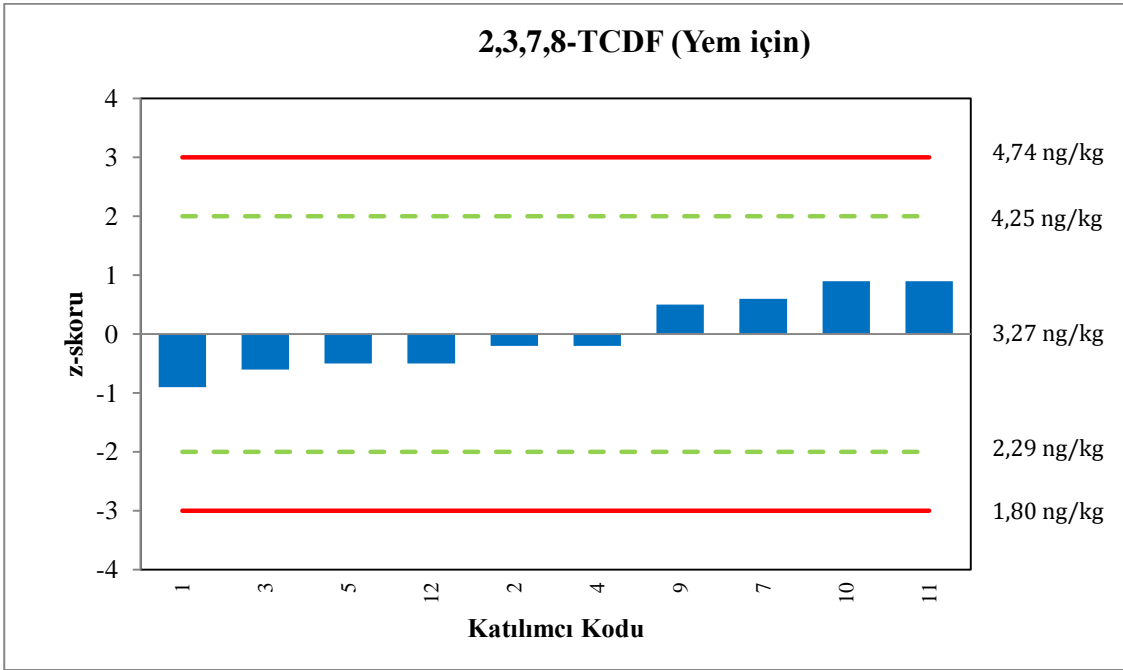
Kat. Kodu	Dioksin-benzeri PCBler												İndikatör PCBler					
	PCB81	PCB77	PCB126	PCB169	PCB 123	PCB 118	PCB 114	PCB 105	PCB 167	PCB 156	PCB 157	PCB 189	PCB 028	PCB 052	PCB 101	PCB 153	PCB 138	PCB 180
1	-0,9	-0,2	-0,3	-1,0	-0,5	0,8	-1,0	0,5	-0,5	-0,8	-1,4	-1,2	0,4	-0,1	0,6	0,5	0,4	0,6
2	0,6	0,3	0,0	1,2	-0,8	-0,2	0,2	-0,2	0,9	0,3	0,1	-0,3	-0,6	0,1	-0,4	0,3	-0,1	-0,3
3	0,0	-0,2	0,0	0,4	3,9	-0,1	1,8	-0,2	0,9	0,6	2,9	6,4	0,0	-0,1	0,1	0,0	0,0	0,4
4	-1,0	-0,4	-0,7	0,4	7,6	-0,6	-1,2	0,6	0,3	-0,9	-0,1	0,0	0,8	-0,6	-0,4	-0,6	0,4	-0,6
5	-1,9	-0,9	-0,8	-0,9	1,2	-0,2	-1,8	-0,3	-1,1	-0,2	-0,2	-0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	-0,4	-0,4
6																		
7	1,3	2,2	0,5	-0,4	-1,0	0,5	1,2	0,1	23,5	-0,4	-1,0	0,2	-0,7	0,6	0,6	0,1	-0,3	0,2
8																		
9	0,7	0,1	0,8	-0,1	-0,5	-0,2	0,8	0,0	0,7	0,7	0,7	0,3	-0,5	-1,2	0,0	-0,8	0,1	0,2
10	0,2	0,3	0,0	-0,4	-2,1	-0,5	-1,5	-1,2	-1,8	-0,2	-0,1	1,2	0,3	0,5	-0,5	-0,2	-0,8	0,0
11	-0,4	-0,9	-0,3	0,1	-1,9	0,6	0,1	0,6	0,0	-0,1	0,6	-0,6	-0,7	0,3	0,5	1,3	0,5	0,3
12	1,1	0,8	0,7	0,7	0,0	-0,2	1,4	-0,2	-1,4	0,9	0,0	-0,8	1,1	0,0	-0,4	-0,4	-0,1	-0,3

Tablo 17. PCB'ler için Katılımcı Sonuçları (Gıda için)

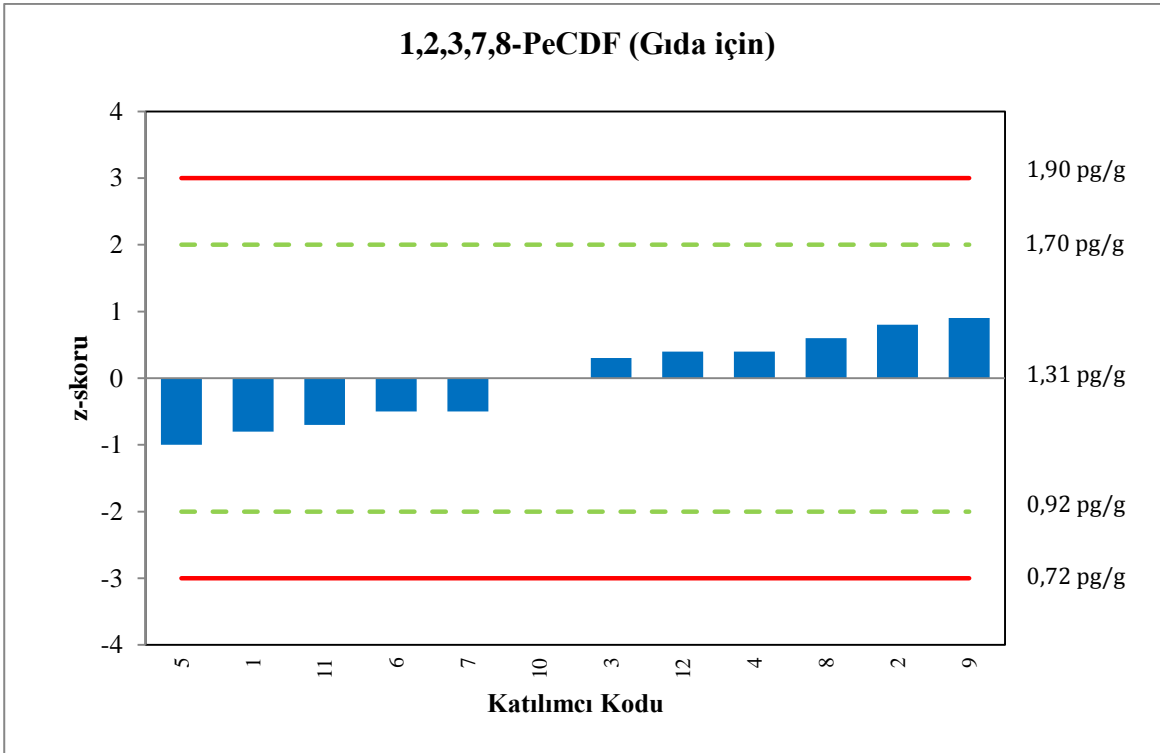
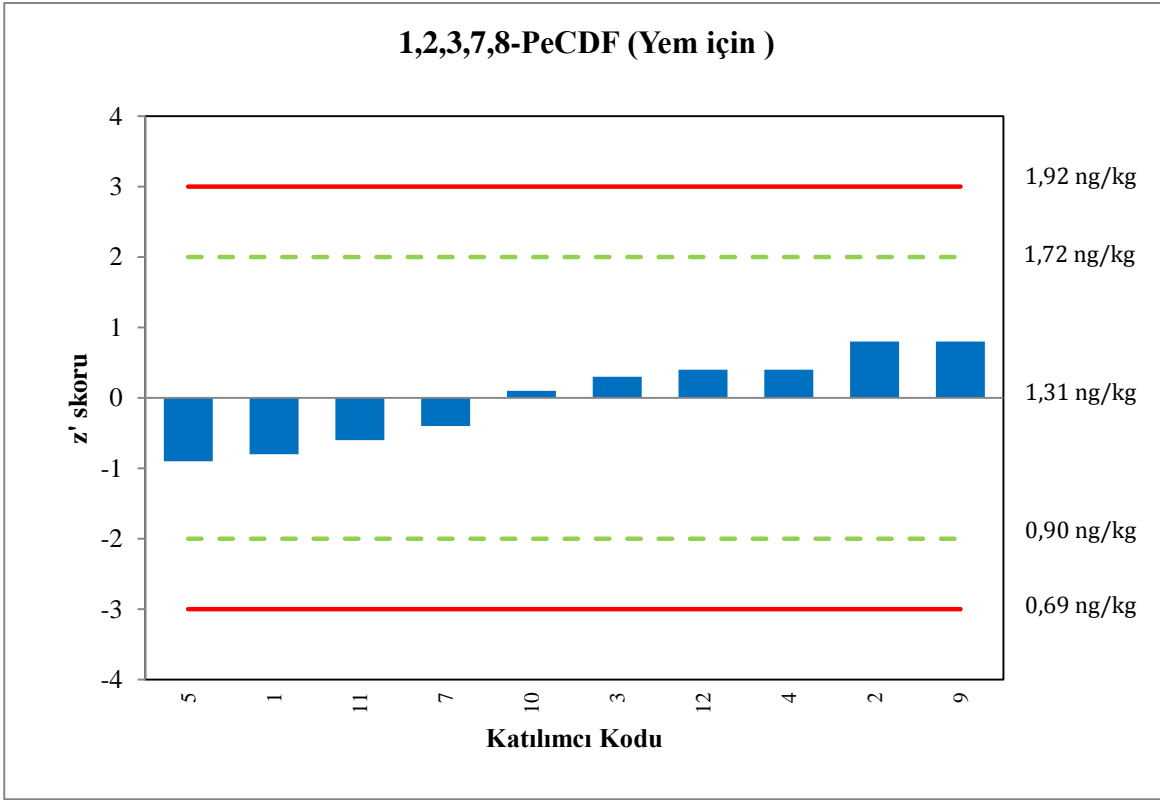
Kat. Kodu	Dioksin-benzeri PCBler												İndikatör PCBler					
	PCB81	PCB77	PCB126	PCB169	PCB 123	PCB 118	PCB 114	PCB 105	PCB 167	PCB 156	PCB 157	PCB 189	PCB 028	PCB 052	PCB 101	PCB 153	PCB 138	PCB 180
1	5,94	208,56	44,80	9,26	71,51	4641,02	83,71	1985,69	218,82	359,81	93,60	32,41	2,40	2,30	4,36	8,46	6,17	3,09
2	7,50	223,00	46,30	12,60	63,70	4010,00	104,00	1760,00	272,00	421,00	118,00	37,40	1,91	2,37	3,50	7,97	5,56	2,05
3	6,83	206,41	45,83	11,28	156,25	4072,20	134,89	1766,05	271,49	436,81	167,61	79,44	2,18	2,28	3,92	7,59	5,66	2,37
4	5,68	200,56	41,25	11,31	228,67	3731,07	78,25	1980,44	246,66	343,75	115,12	39,36	2,54	2,02	3,50	6,71	6,05	1,91
5	4,72	182,78	40,58	9,31	102,94	3972,32	66,56	1744,19	188,75	391,19	113,52	38,46	2,23	2,32	3,84	7,77	5,17	1,99
6	8,37	227,63	53,07	12,28	56,87	3840,02	122,75	1413,11	257,88	340,32	87,96	36,54	2,72	2,17	3,28	6,81	6,04	1,75
7	8,33	282,61	49,37	10,09	60,25	4395,38	122,92	1860,69	1205,72	375,93	99,91	40,64	1,89	2,59	4,25	7,77	5,33	2,29
8	7,79	227,90	50,44	10,64	61,93	4311,87	96,98	1868,27	262,75	383,19	113,03	37,29	1,74	2,19	3,41	7,34	5,23	2,00
9	7,59	215,34	51,42	10,46	70,87	3992,55	115,19	1820,49	263,69	442,95	128,53	41,21	1,98	1,74	3,79	6,35	5,77	2,25
10	7,04	220,00	46,30	10,10	38,90	3820,00	72,10	1500,00	160,00	389,00	115,00	46,70	2,30	2,52	3,42	7,33	4,70	2,17
11	6,37	183,87	44,10	10,92	43,41	4495,10	102,80	2000,93	235,23	394,91	126,45	35,78	1,87	2,43	4,22	9,50	6,17	2,30
12	8,07	237,78	51,07	11,89	80,40	4006,88	126,08	1760,44	178,20	454,04	115,74	34,48	2,66	2,29	3,48	7,00	5,52	2,03

Tablo 18. PCB'ler için z-skorları (Gıda için)

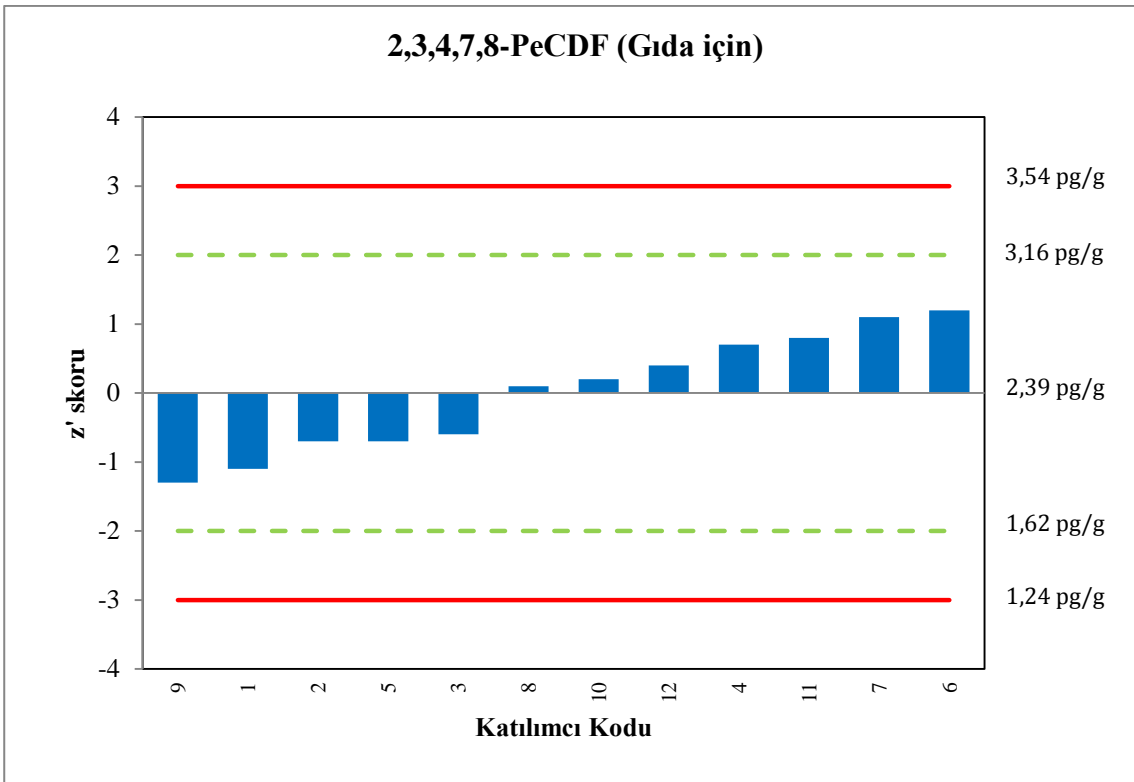
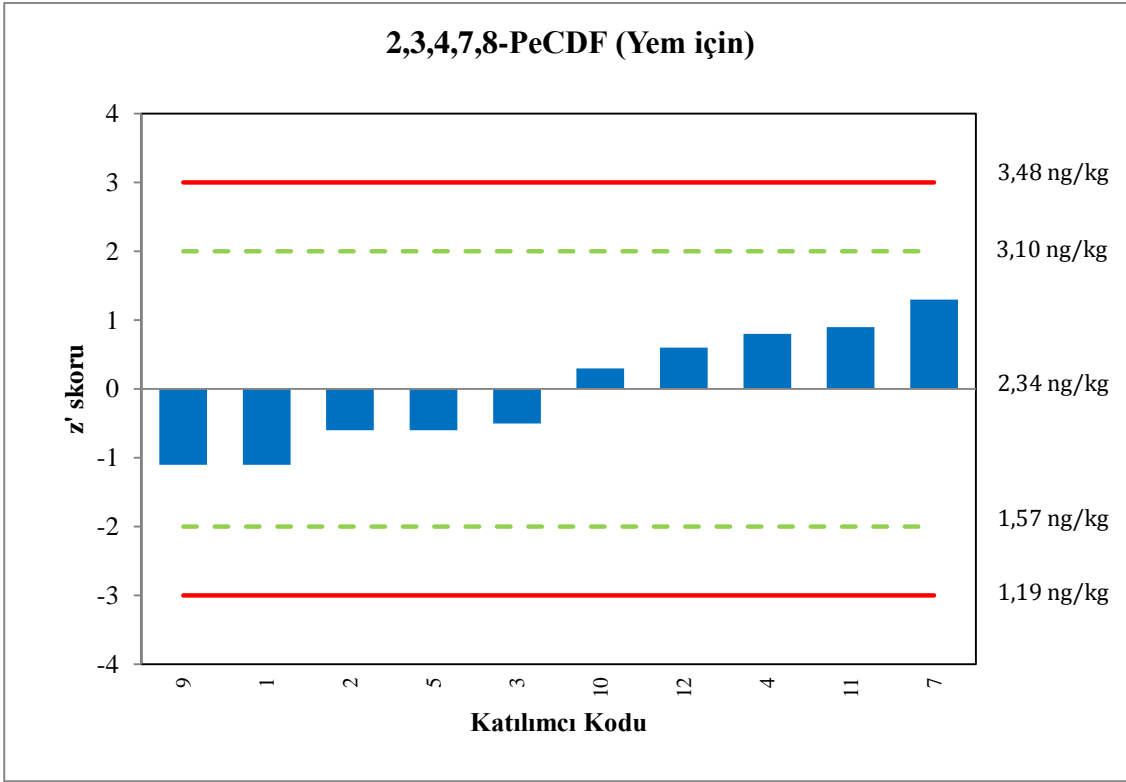
Kat. Kodu	Dioksin-benzeri PCBler												İndikatör PCBler					
	PCB81	PCB77	PCB126	PCB169	PCB 123	PCB 118	PCB 114	PCB 105	PCB 167	PCB 156	PCB 157	PCB 189	PCB 028	PCB 052	PCB 101	PCB 153	PCB 138	PCB 180
1	-1,0	-0,2	-0,3	-1,0	-0,1	0,9	-1,0	0,7	-0,5	-0,6	-1,1	-1,1	0,4	0,0	0,8	0,7	0,5	2,2
2	0,4	0,2	-0,1	1,1	-0,6	-0,1	0,1	-0,2	0,8	0,4	0,2	-0,2	-0,6	0,2	-0,3	0,3	-0,1	-0,2
3	-0,2	-0,3	-0,2	0,3	5,5	0,0	1,8	-0,2	0,8	0,7	3,0	7,1	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,5
4	-1,2	-0,5	-0,8	0,3	10,3	-0,6	-1,3	0,6	0,2	-0,9	0,1	0,1	0,7	-0,6	-0,3	-0,5	0,4	-0,5
5	-2,1	-1,0	-0,9	-0,9	2,0	-0,2	-2,0	-0,2	-1,3	-0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	-0,4	-0,3
6	1,1	0,4	0,9	0,9	-1,1	-0,4	1,1	-1,5	0,5	-0,9	-1,4	-0,4	1,1	-0,3	-0,6	-0,4	0,4	-0,9
7	1,1	2,1	0,3	-0,5	-0,9	0,5	1,2	0,2	24,2	-0,3	-0,8	0,4	-0,7	0,7	0,7	0,2	-0,3	0,4
8	0,6	0,4	0,5	-0,1	-0,8	0,3	-0,3	0,2	0,6	-0,2	0,0	-0,2	-1,0	-0,2	-0,4	-0,1	-0,4	-0,3
9	0,5	0,0	0,6	-0,2	-0,2	-0,2	0,7	0,0	0,6	0,8	0,8	0,5	-0,5	-1,2	0,1	-0,8	0,1	0,3
10	0,0	0,2	-0,1	-0,5	-2,3	-0,5	-1,7	-1,1	-2,0	-0,1	0,1	1,4	0,2	0,5	-0,4	-0,1	-0,8	0,1
11	-0,6	-1,0	-0,4	0,0	-2,0	0,6	0,0	0,7	-0,1	0,0	0,7	-0,5	-0,7	0,3	0,6	1,4	0,5	0,4
12	0,9	0,7	0,6	0,6	0,5	-0,1	1,3	-0,2	-1,5	1,0	0,1	-0,7	1,0	0,0	-0,4	-0,3	-0,1	-0,2



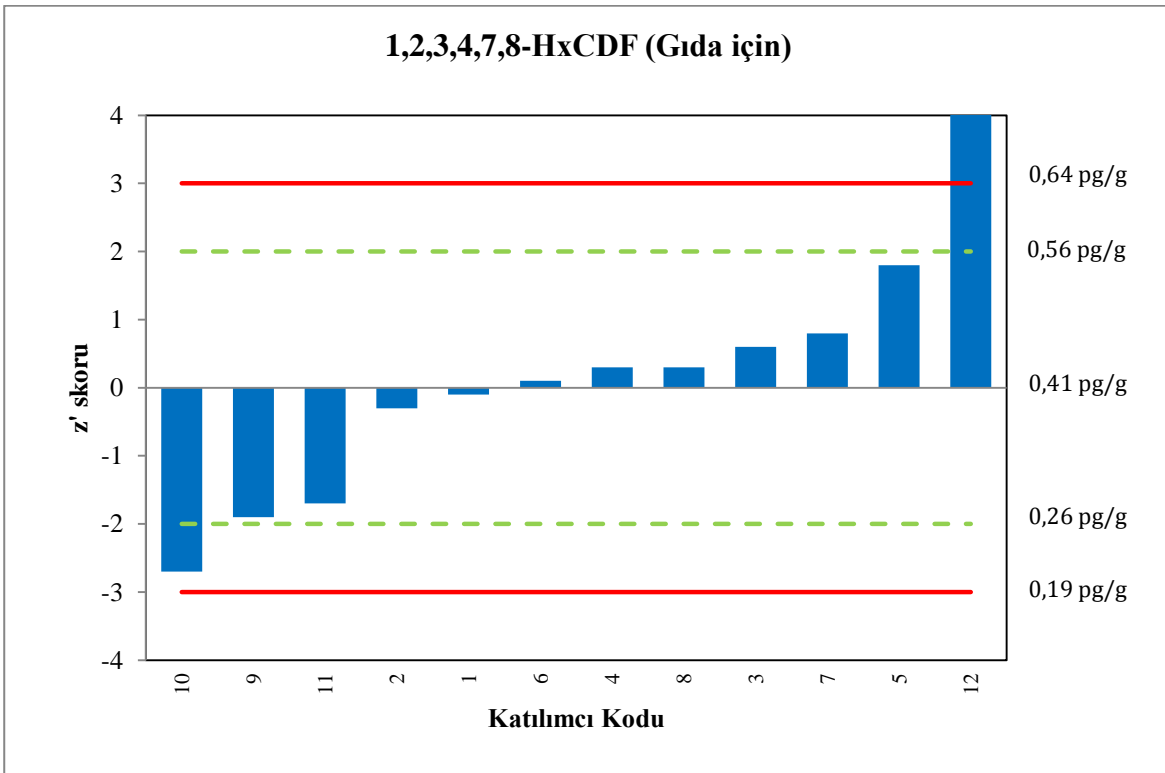
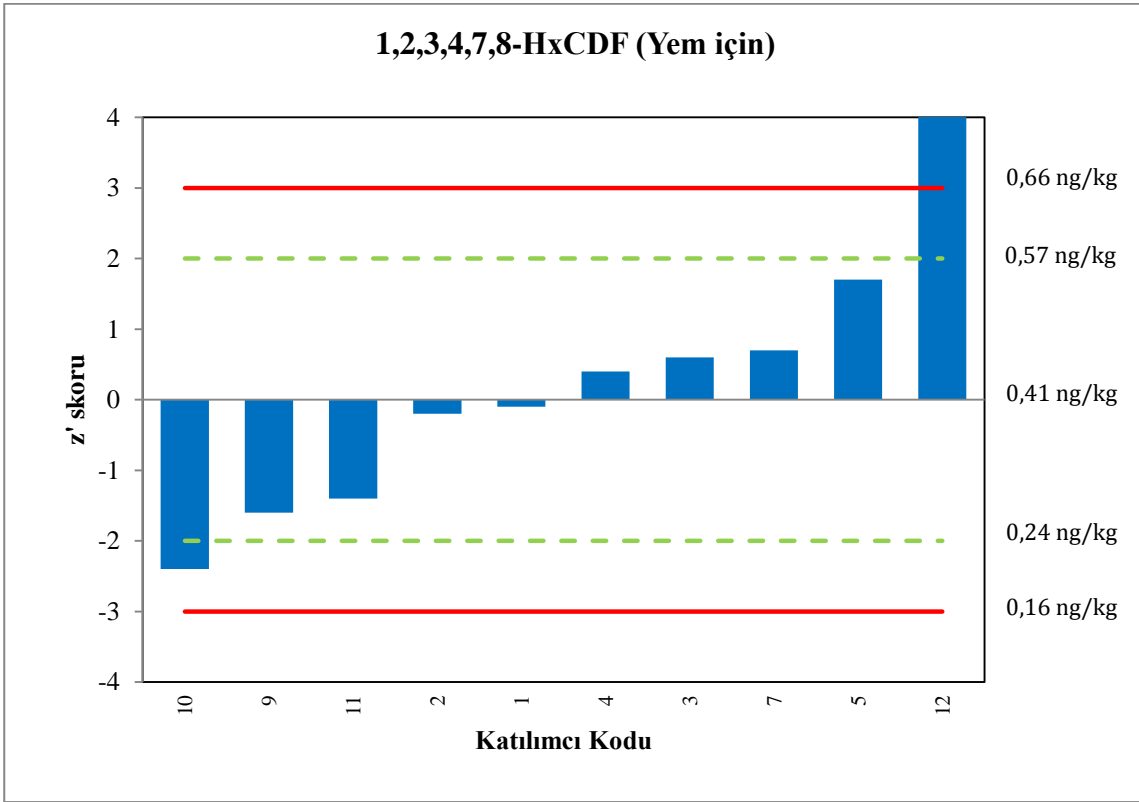
Şekil 1. 2,3,7,8-TCDF için z-skor histogramları.



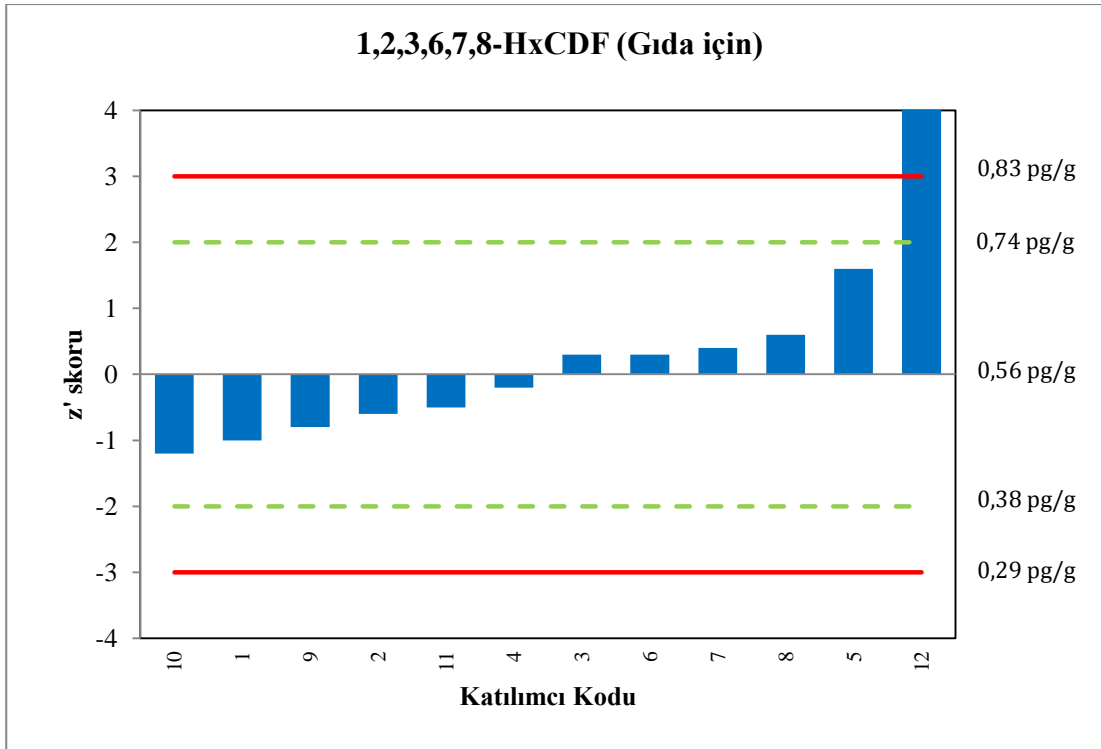
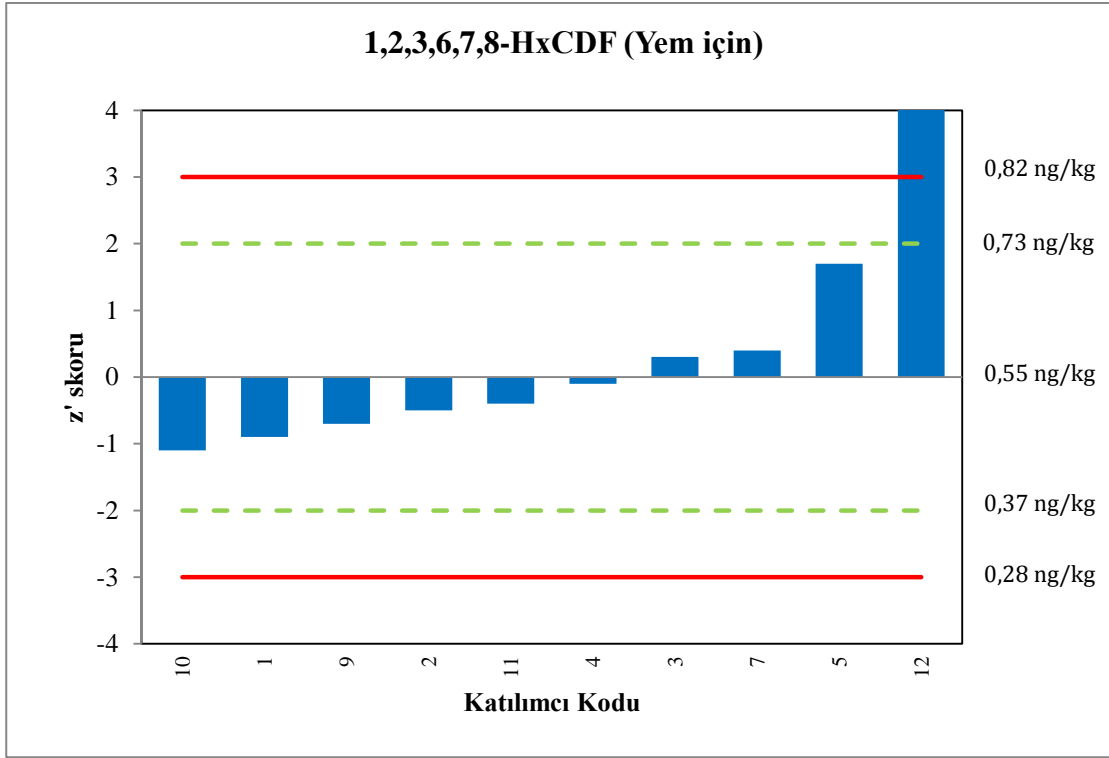
Şekil 2. 1,2,3,7,8-PeCDF için z-skor histogramları.



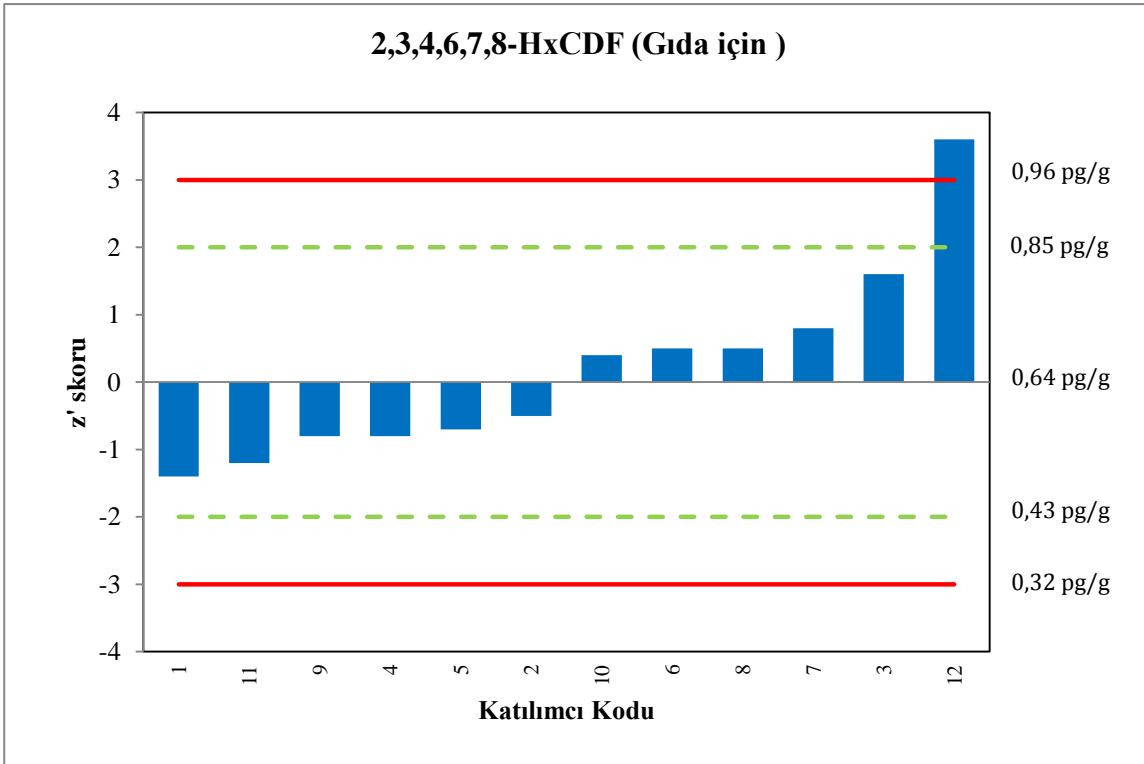
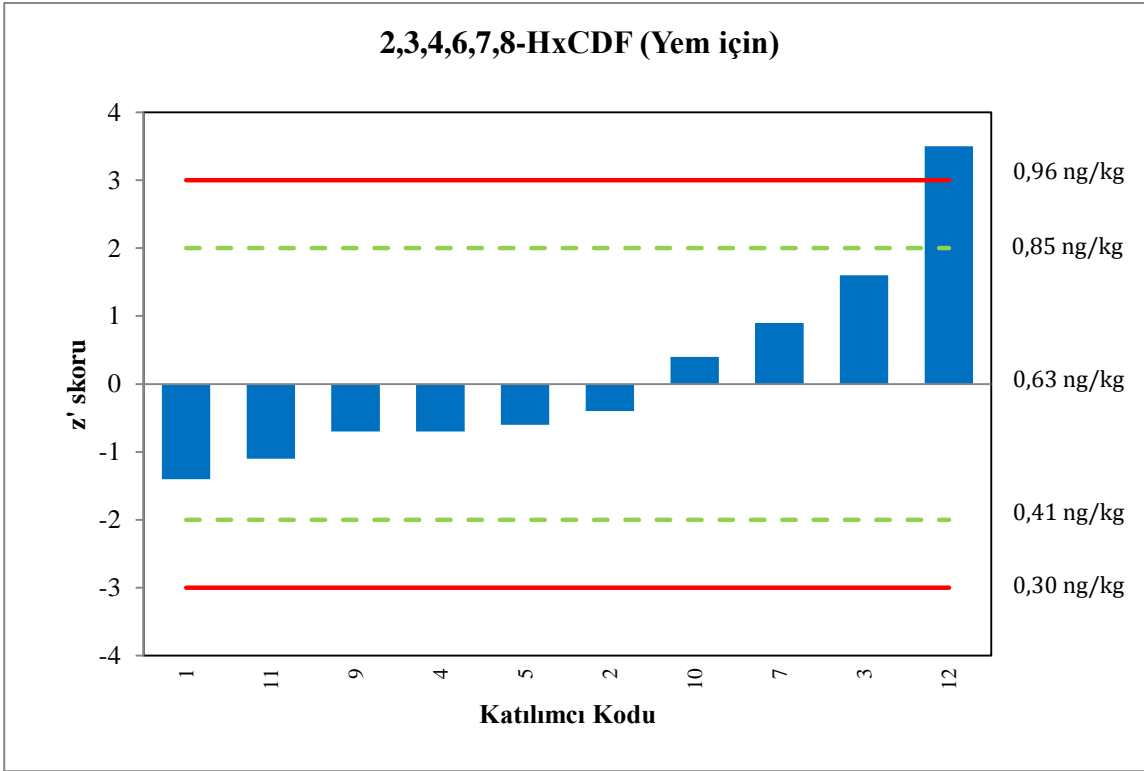
Şekil 3. 2,3,4,7,8-PeCDF için z-skor histogramları.



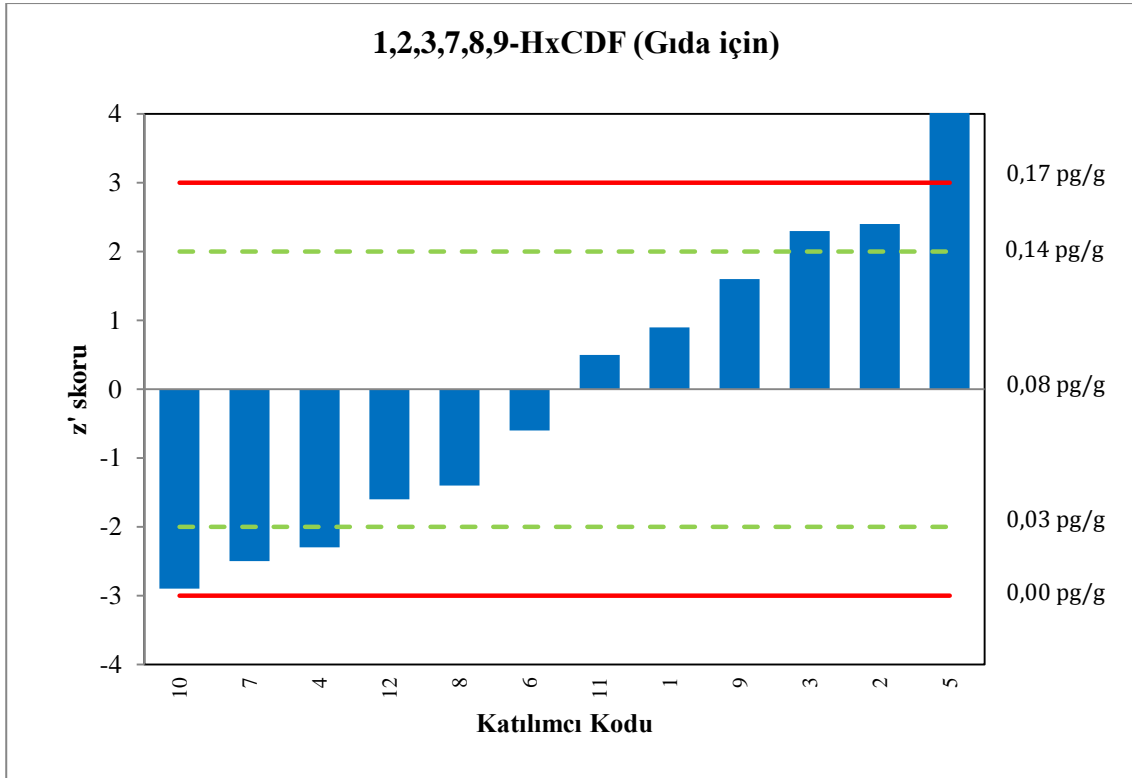
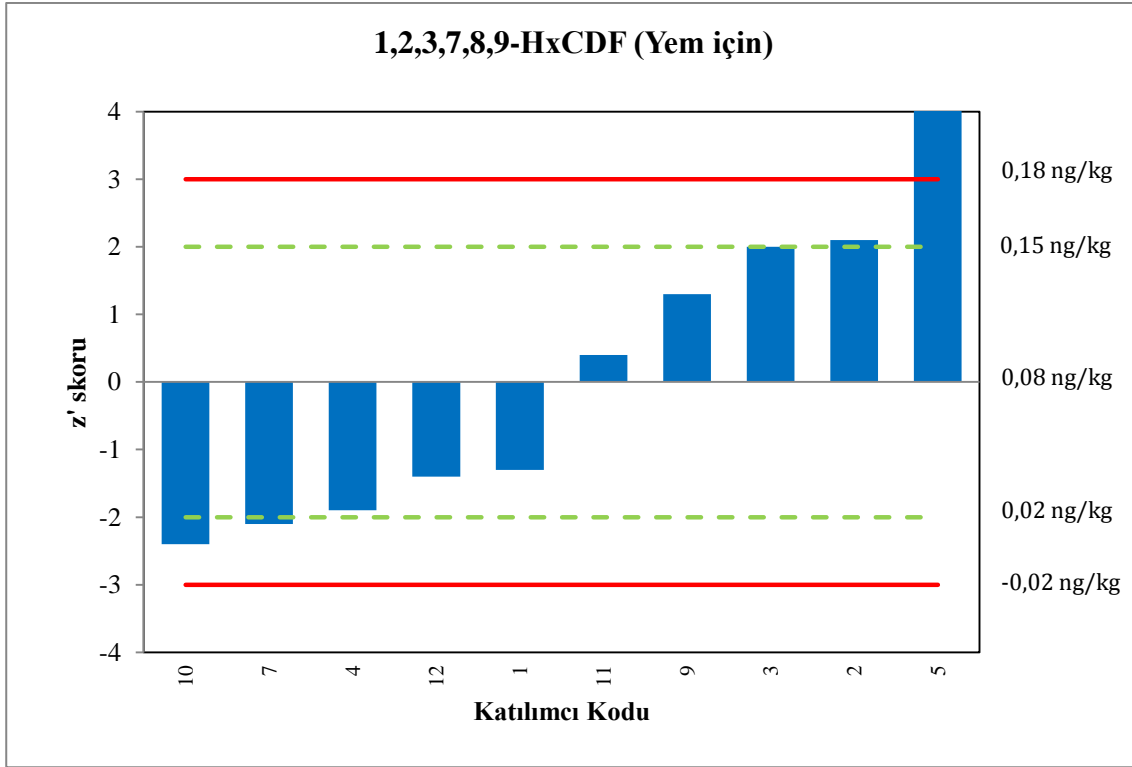
Şekil 4. 1,2,3,4,7,8-HxCDF için z-skor histogramları.



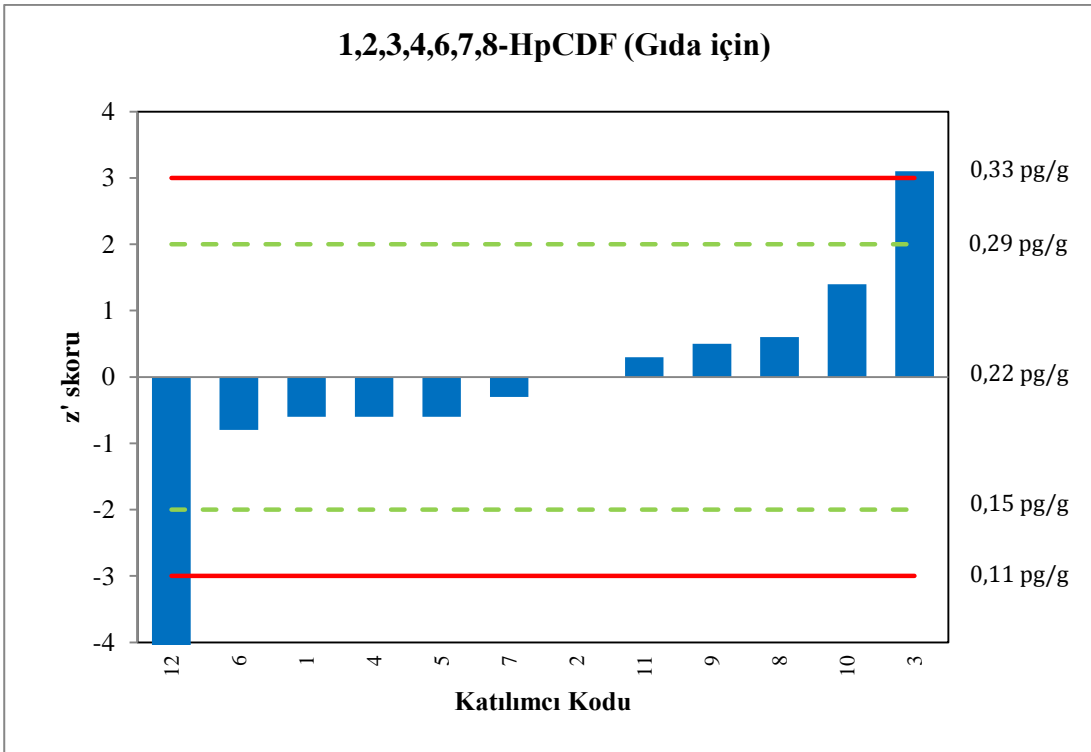
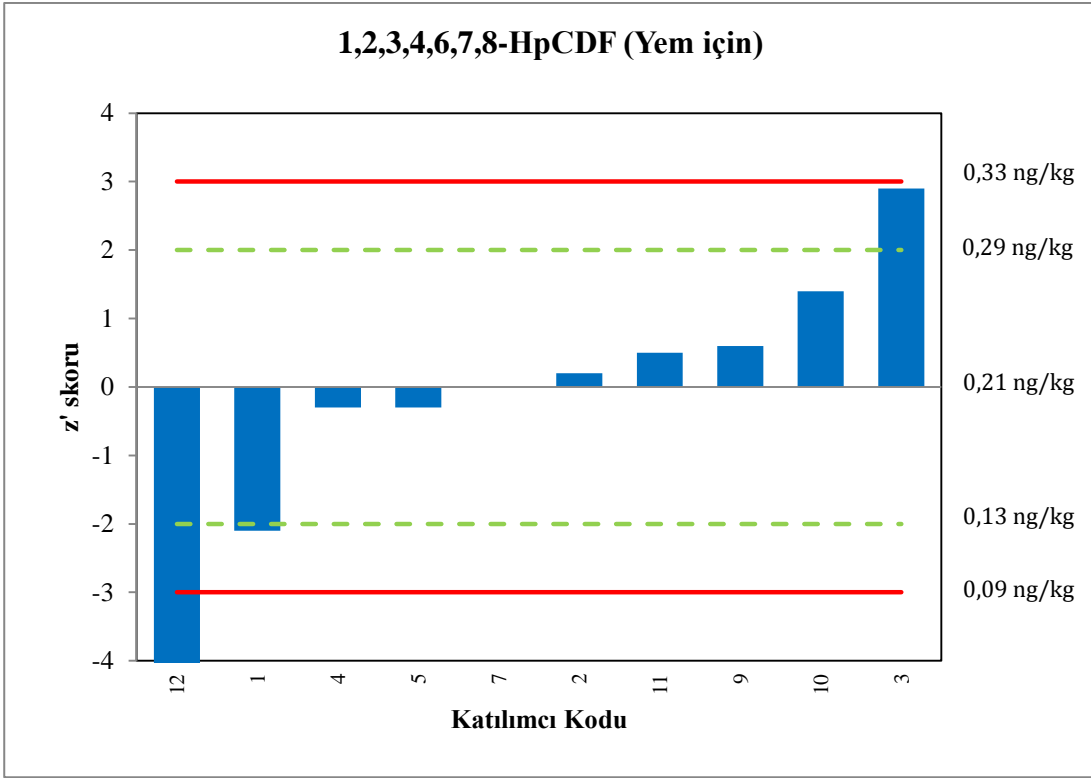
Şekil 5. 1,2,3,6,7,8-HxCDF için z-skor histogramları



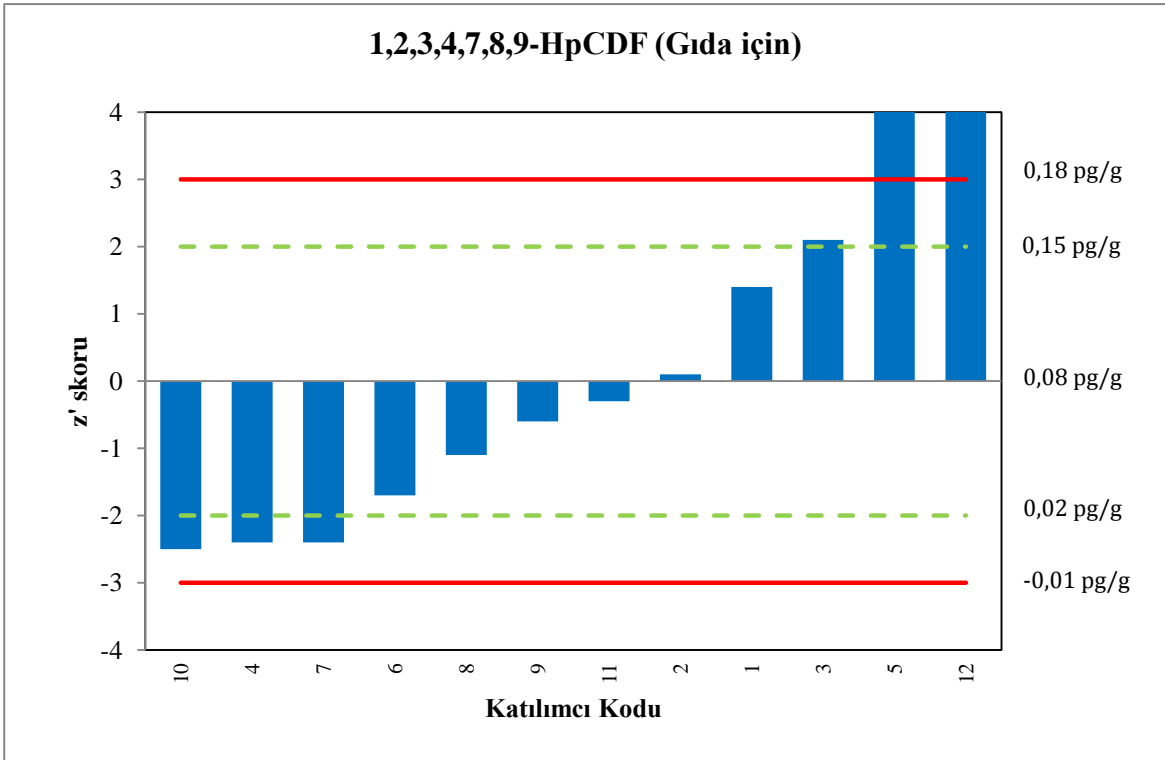
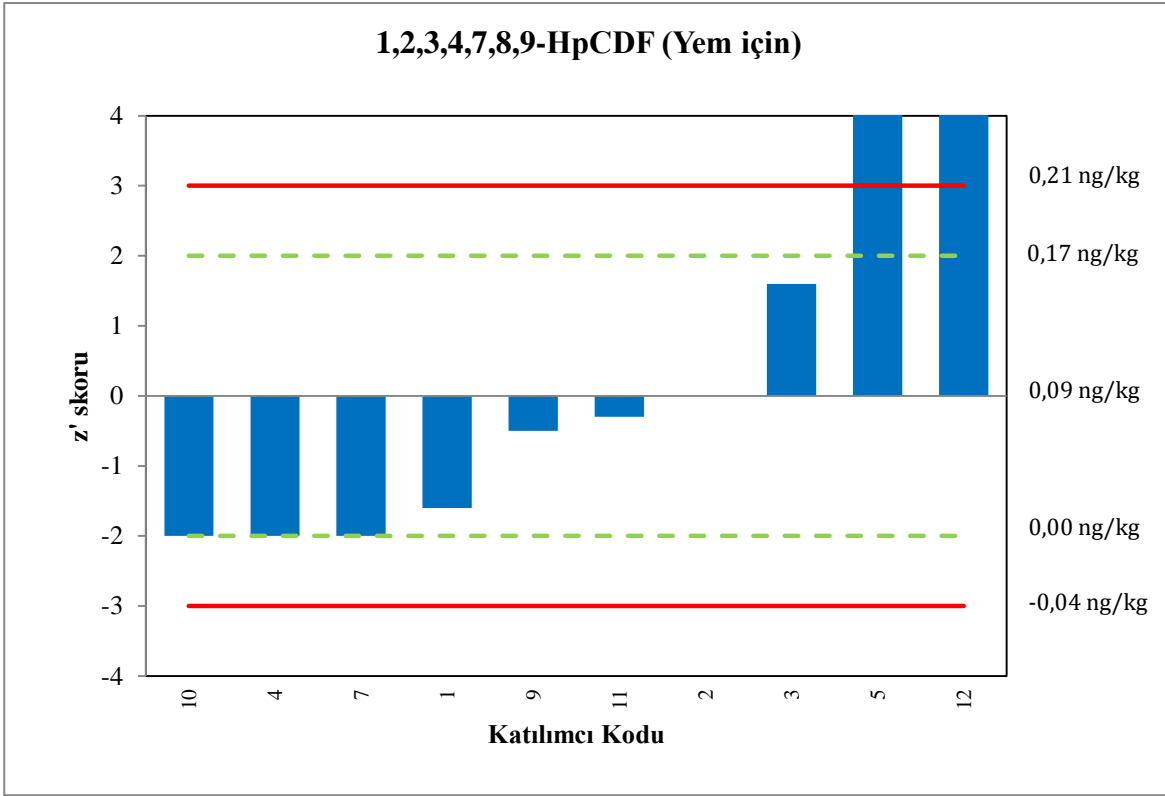
Şekil 6. 2,3,4,6,7,8-HxCDF için z-skor histogramları



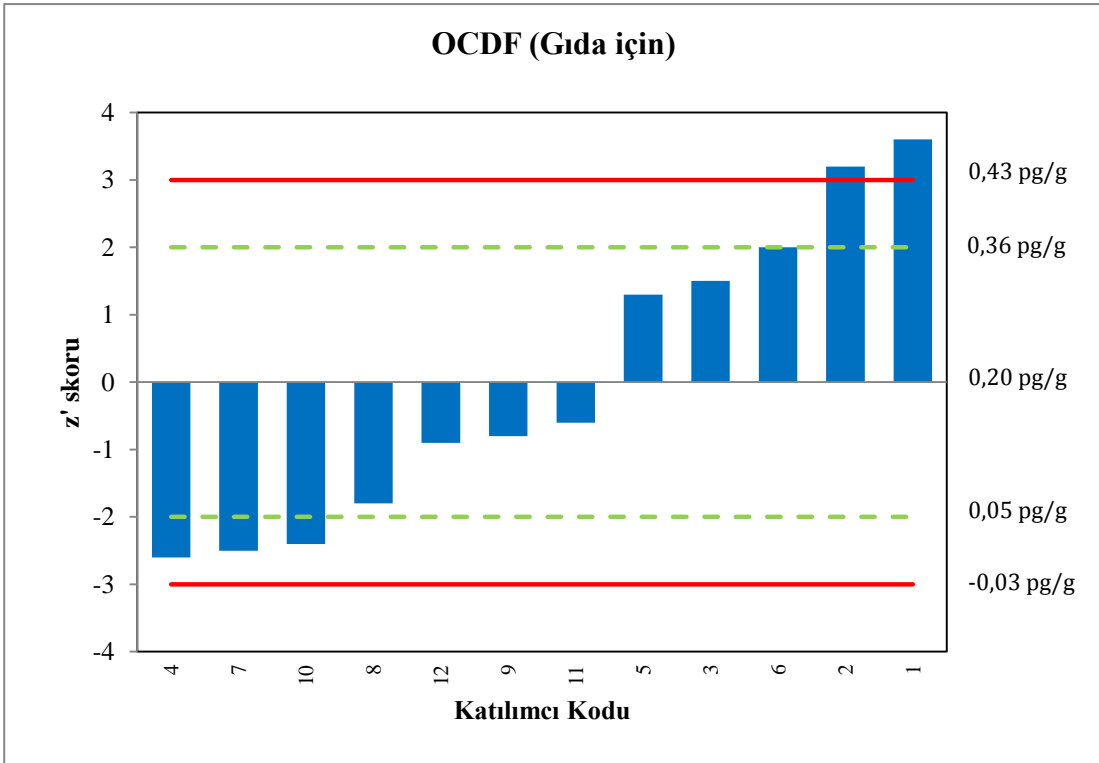
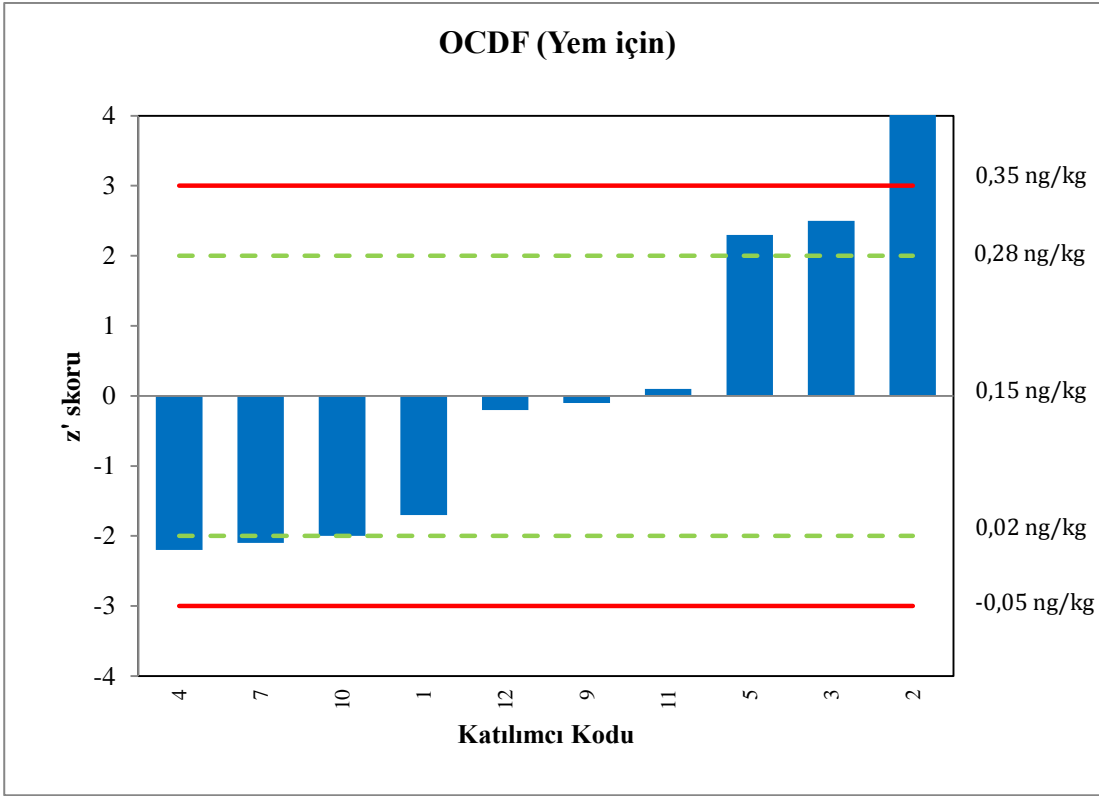
Şekil 7. 1,2,3,7,8,9-HxCDF için z-skor histogramları



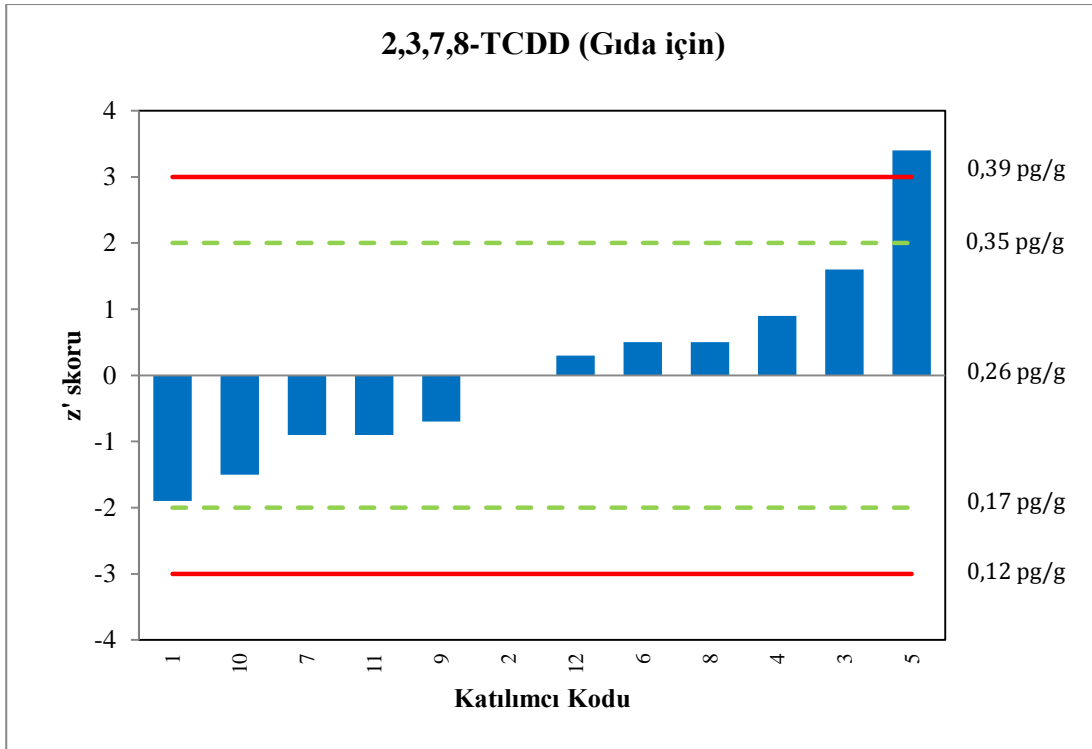
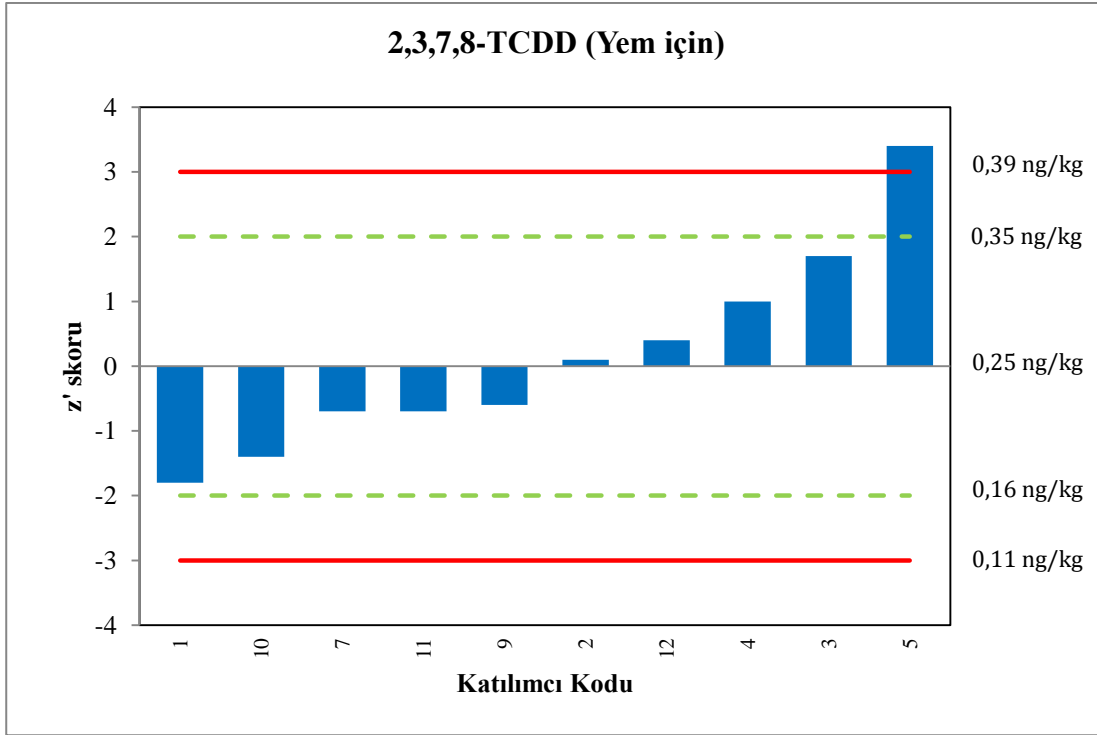
Şekil 8. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF için z-skor histogramları



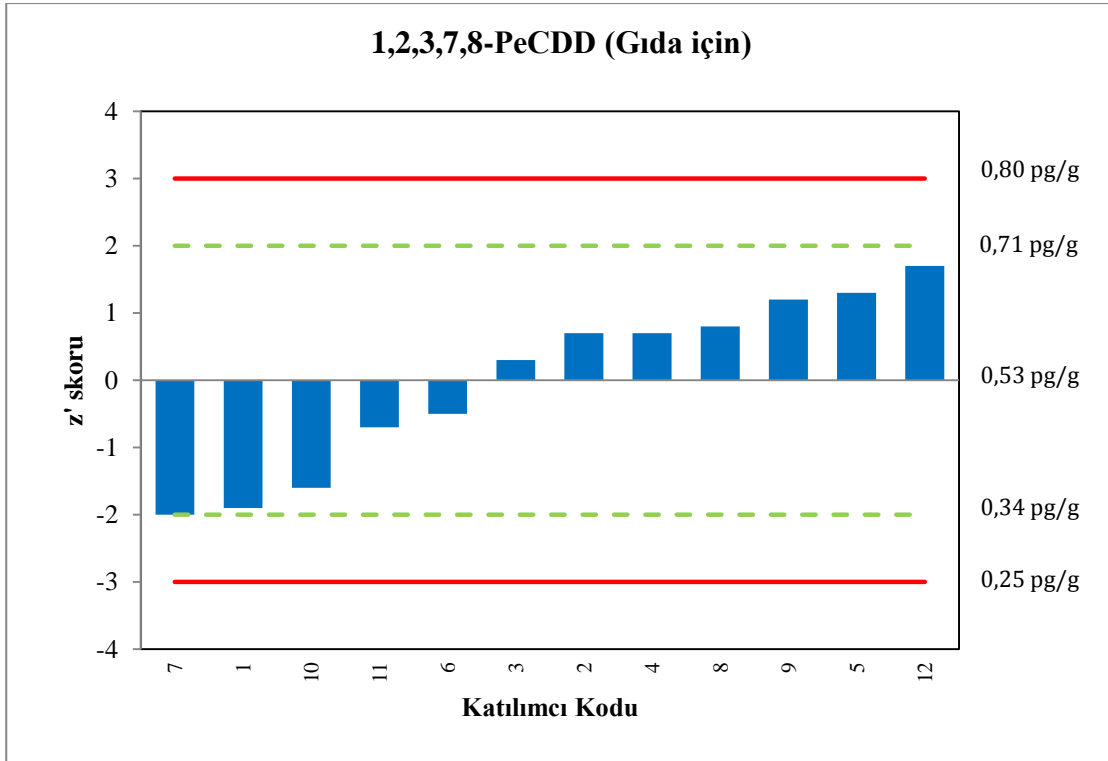
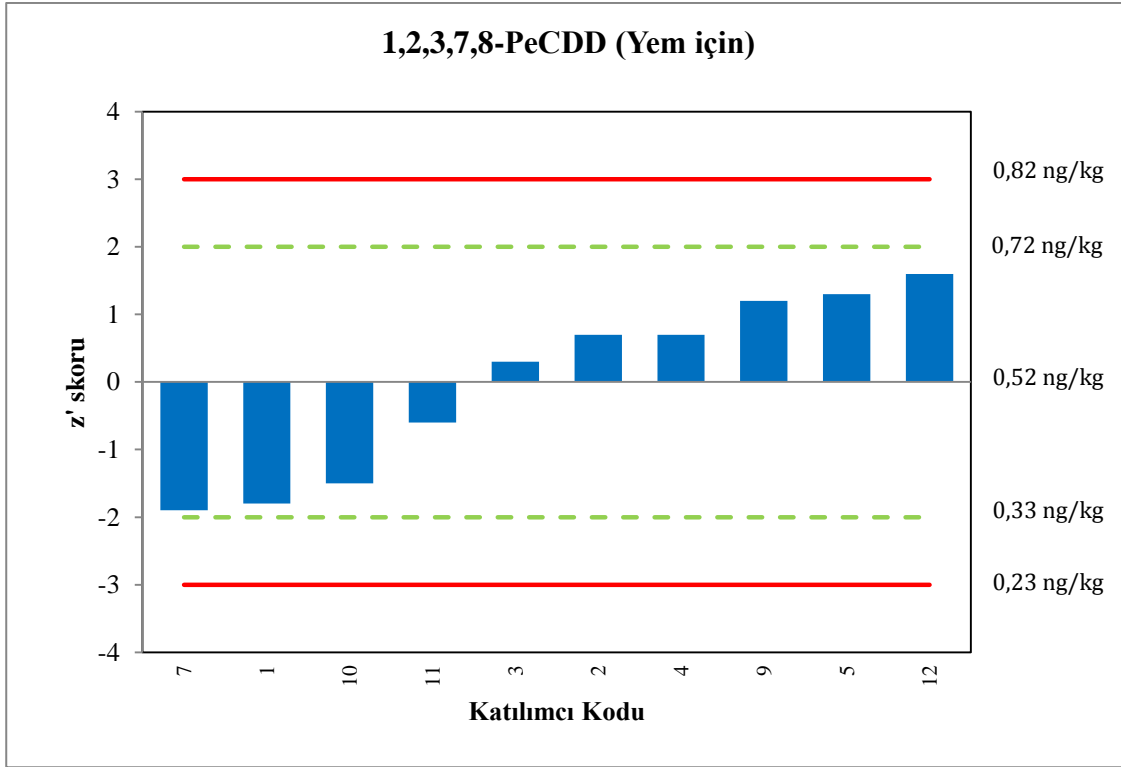
Şekil 9. 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF için z-skor histogramları



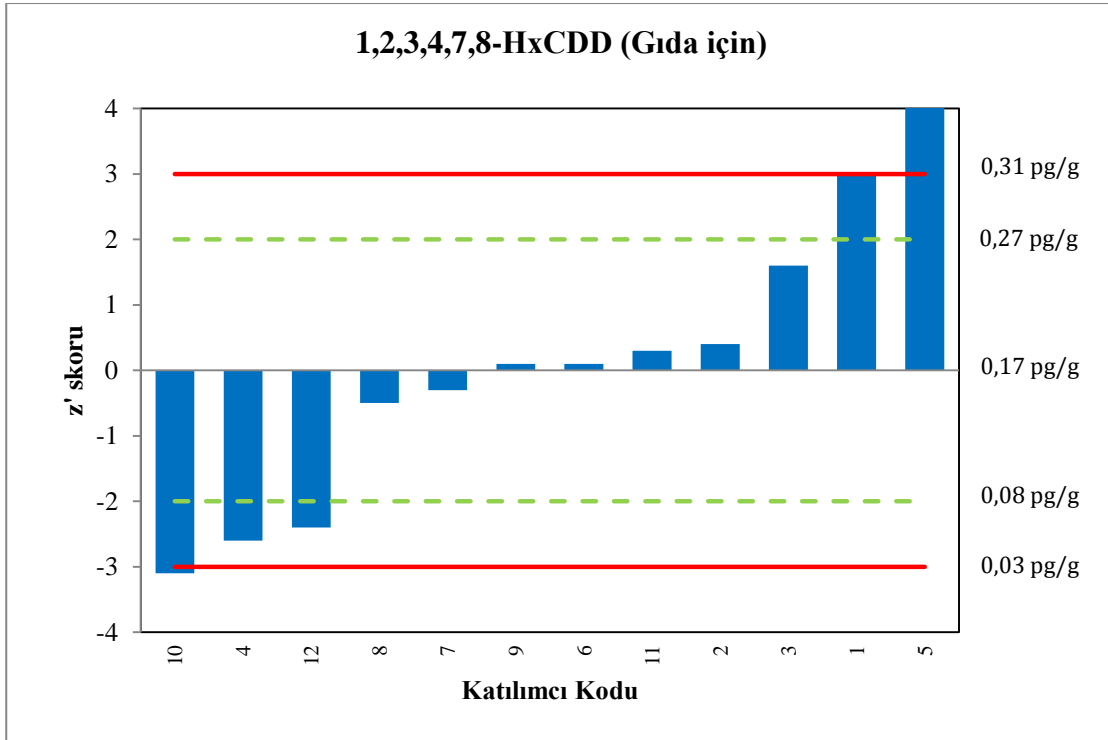
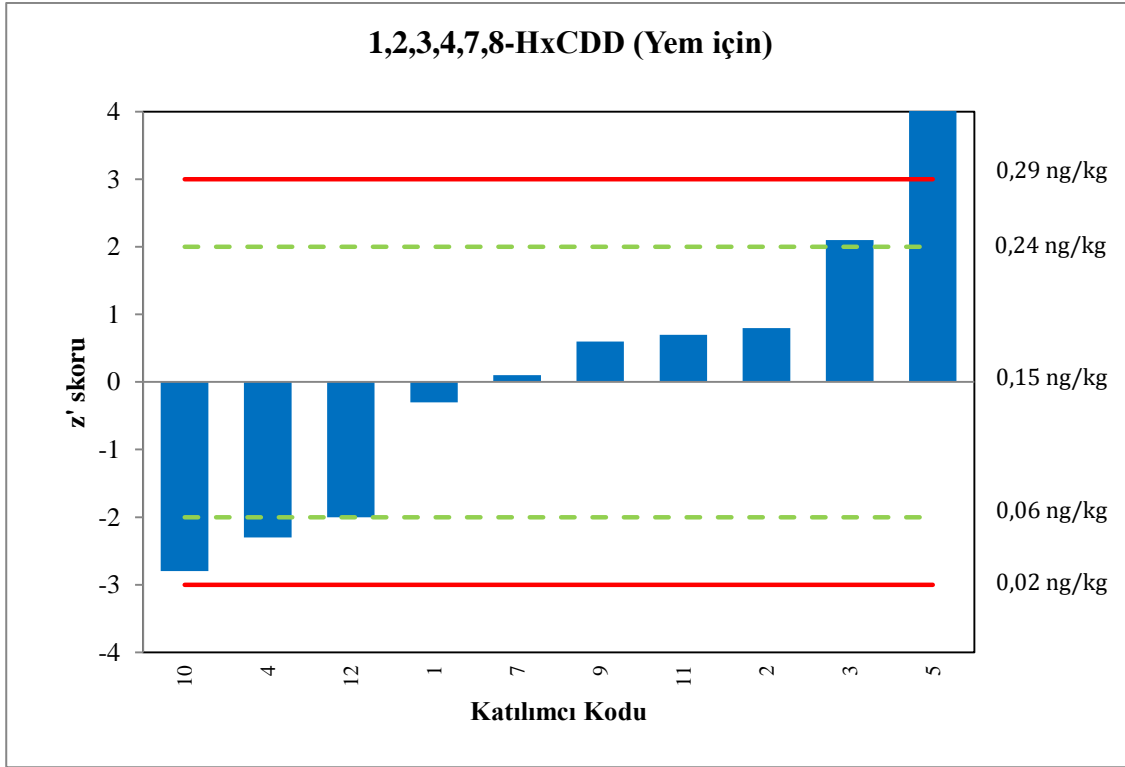
Şekil 10. OCDF için z-skor histogramları



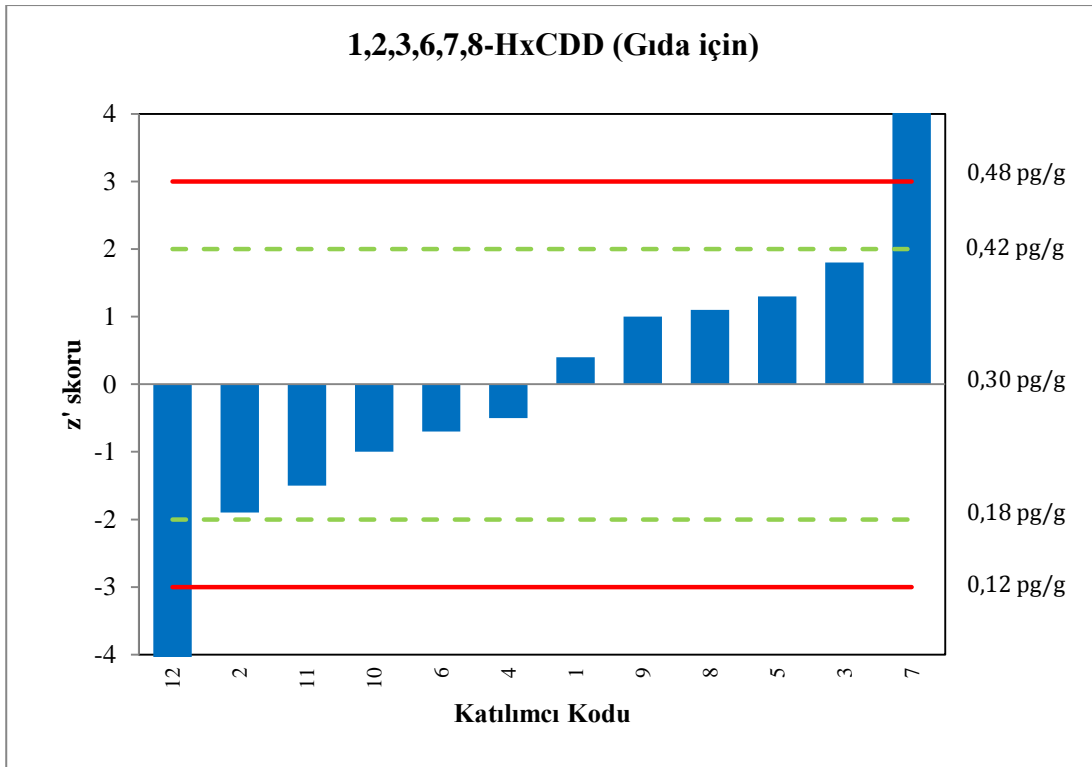
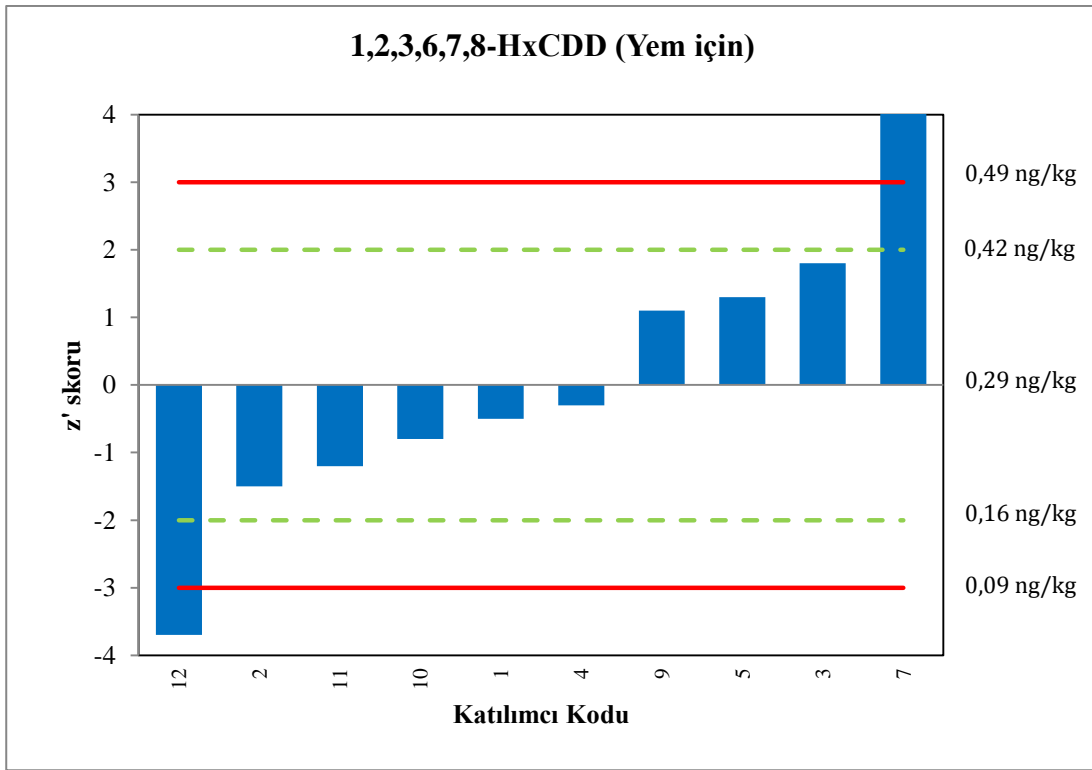
Şekil 11. 2,3,7,8-TCDD için z-skor histogramları



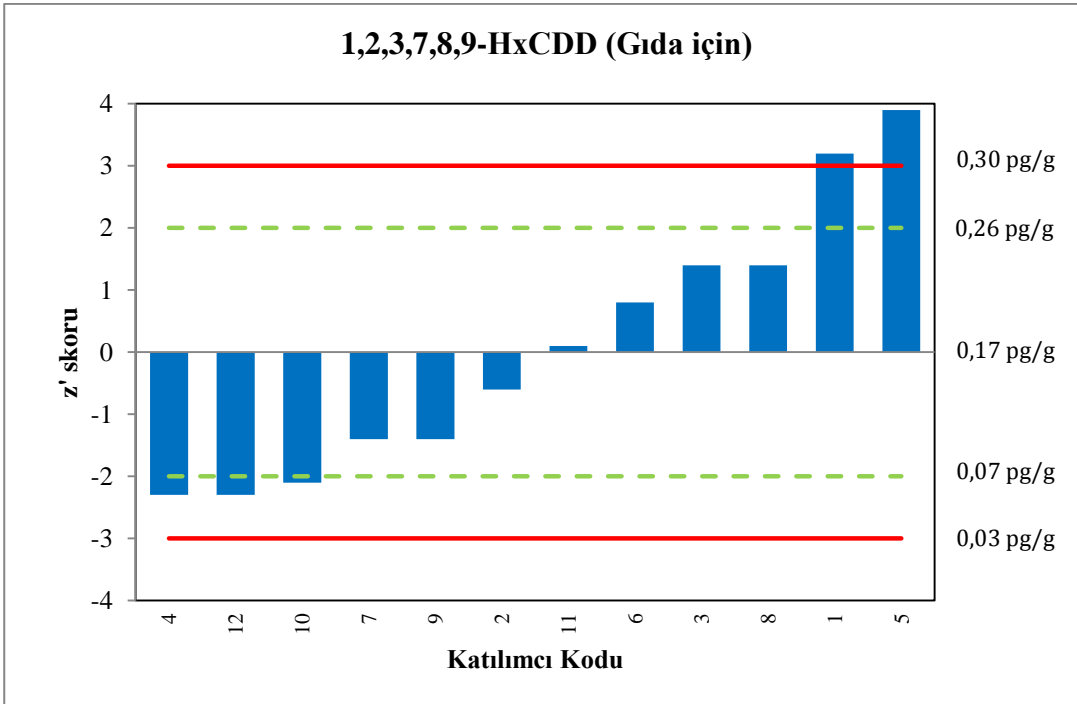
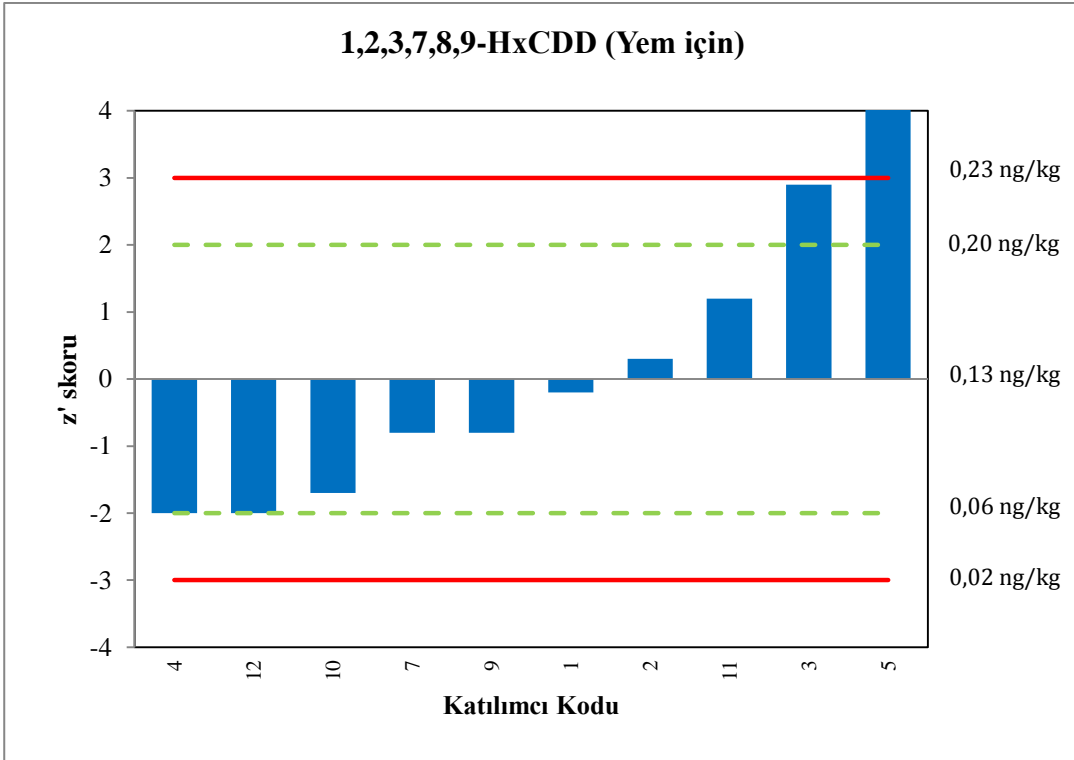
Şekil 12. 1,2,3,7,8-PeCDD için z-skor histogramları



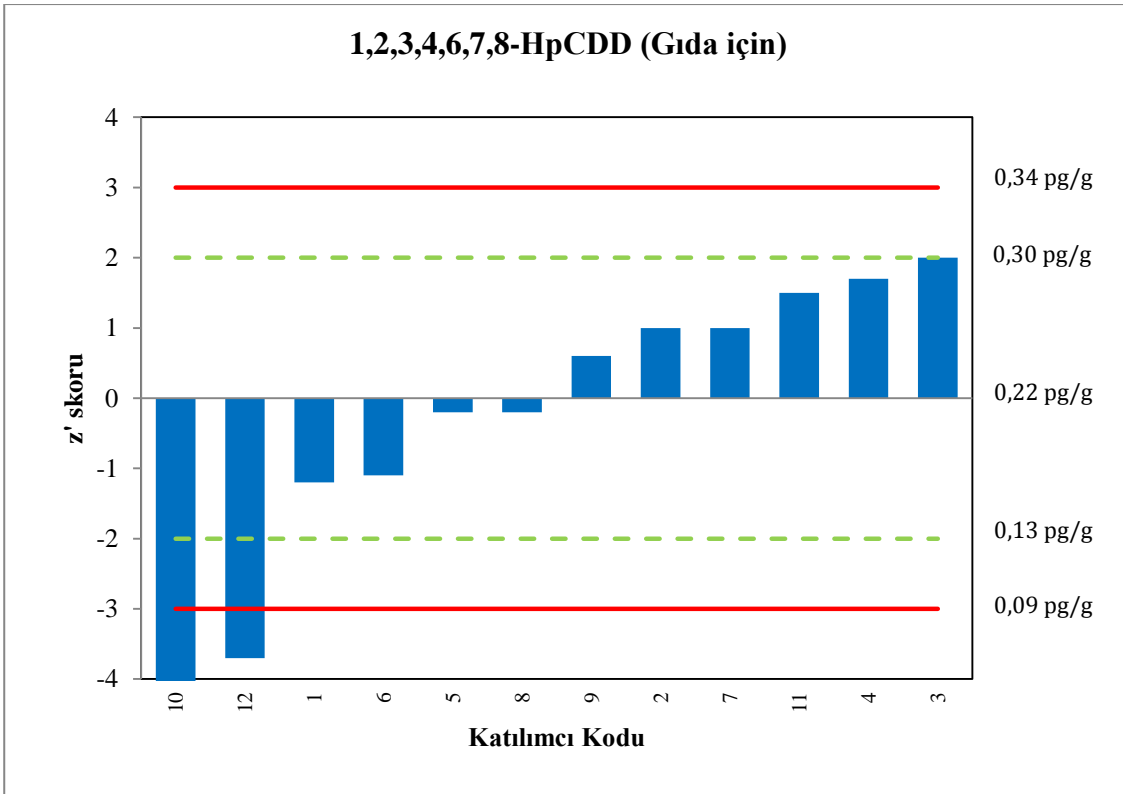
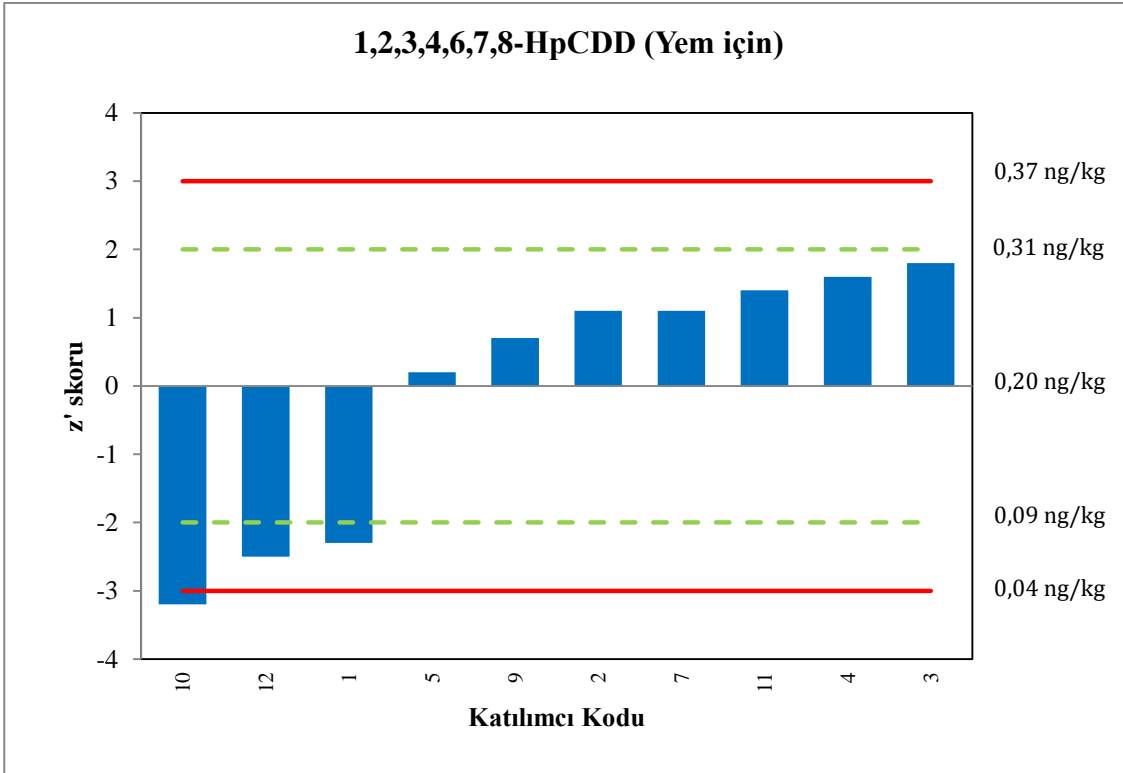
Şekil 13. 1,2,3,4,7,8-HxCDD için z-skor histogramları



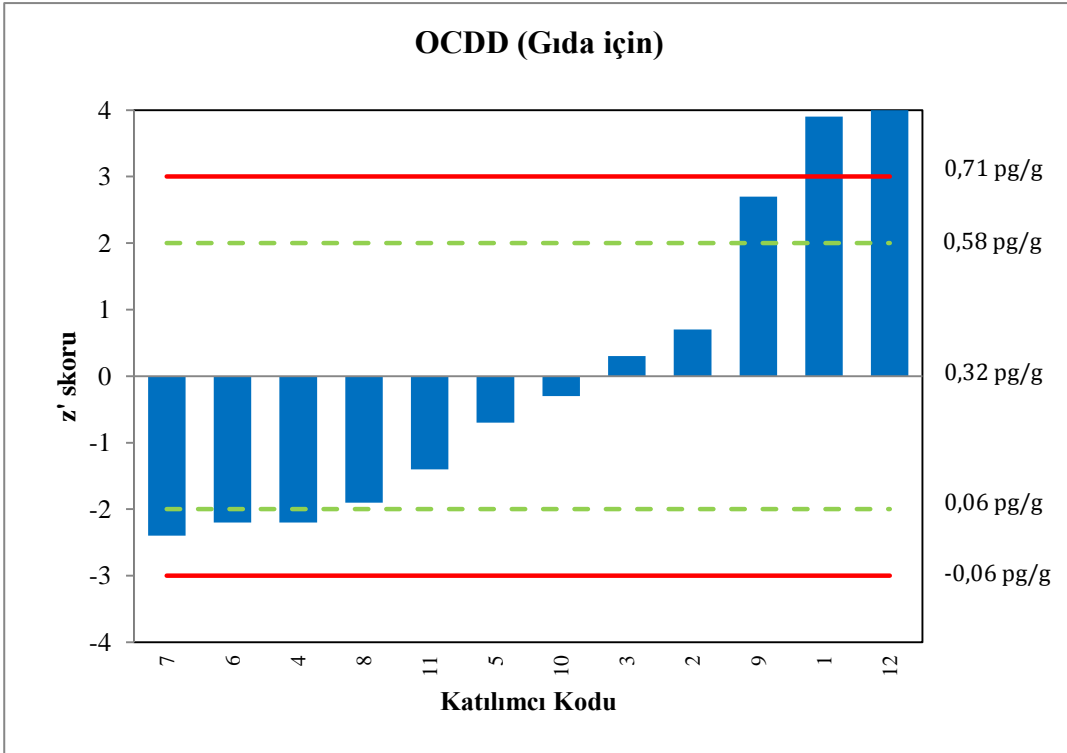
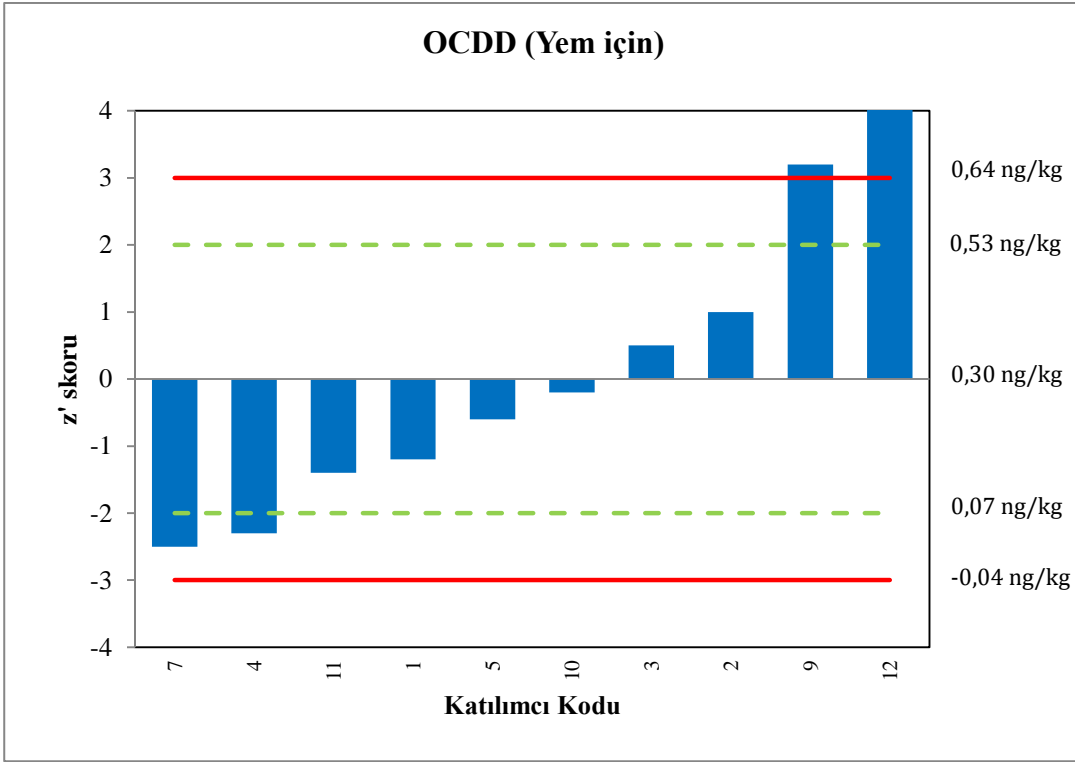
Şekil 14. 1,2,3,6,7,8-HxCDD için z-skor histogramları



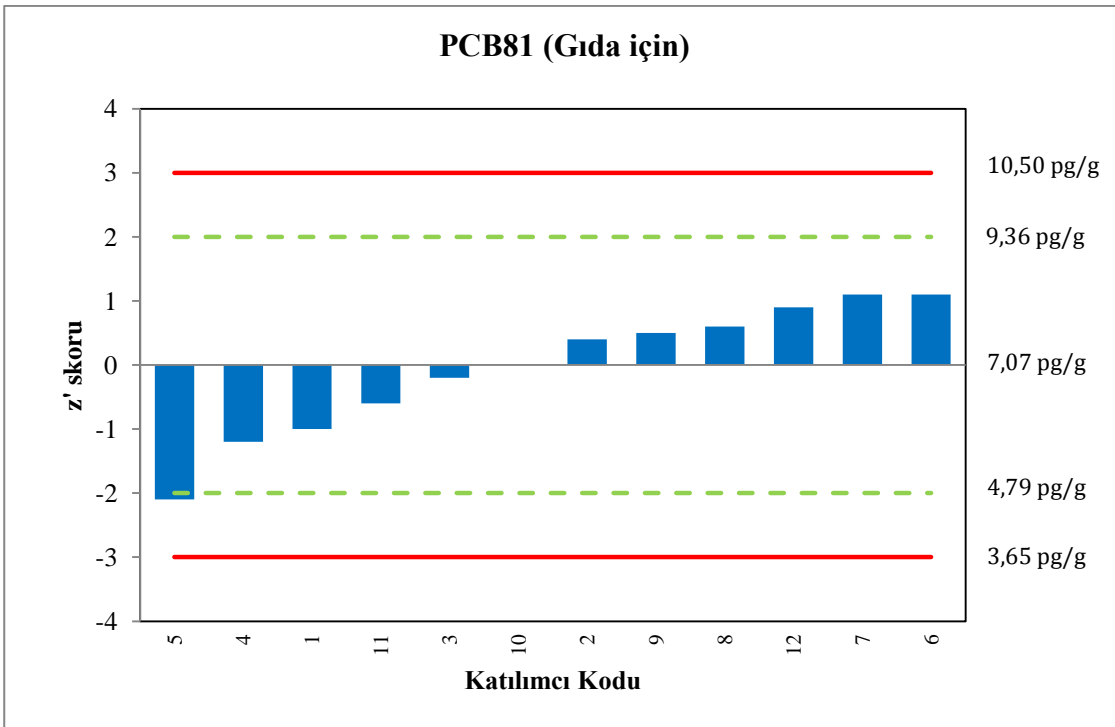
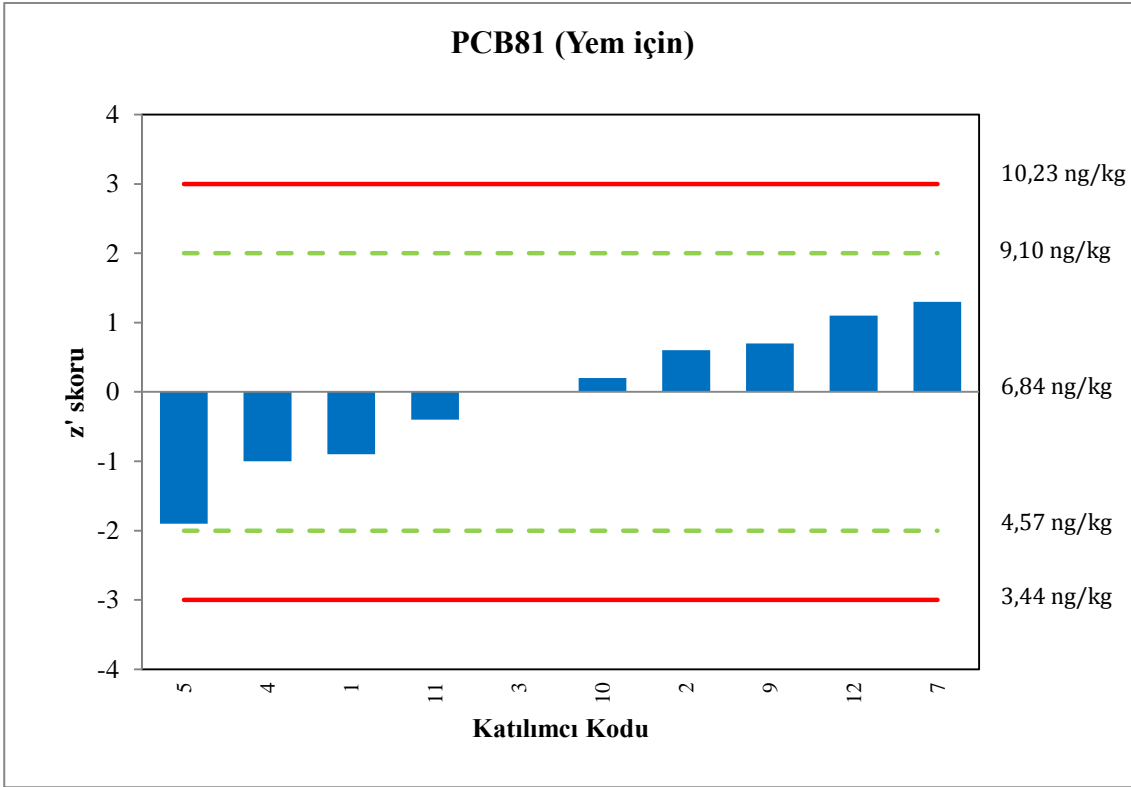
Şekil 15. 1,2,3,7,8,9-HxCDD için z-skor histogramları



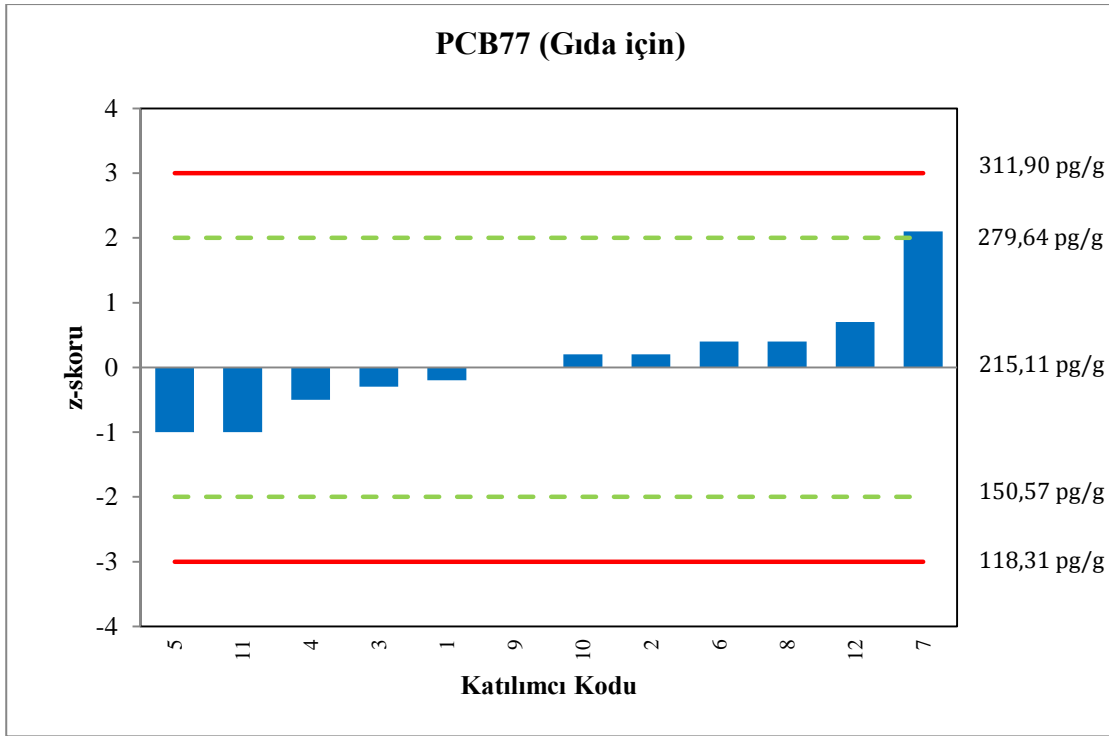
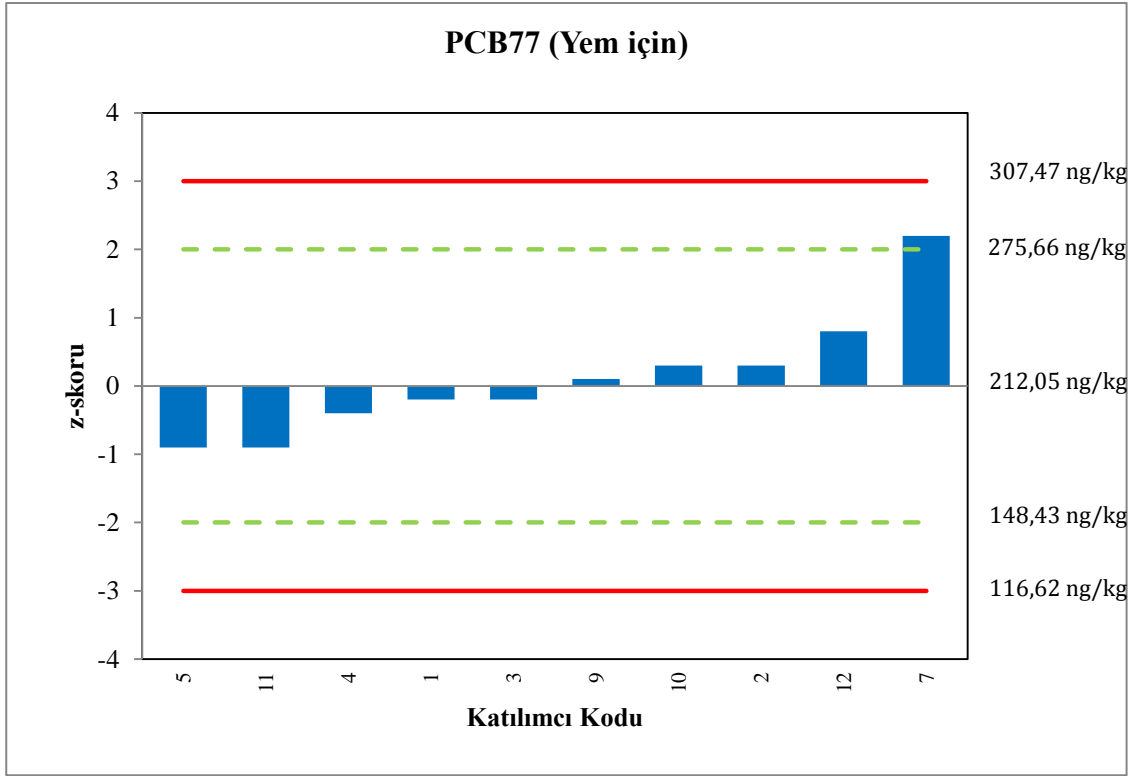
Şekil 16. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD için z-skor histogramları



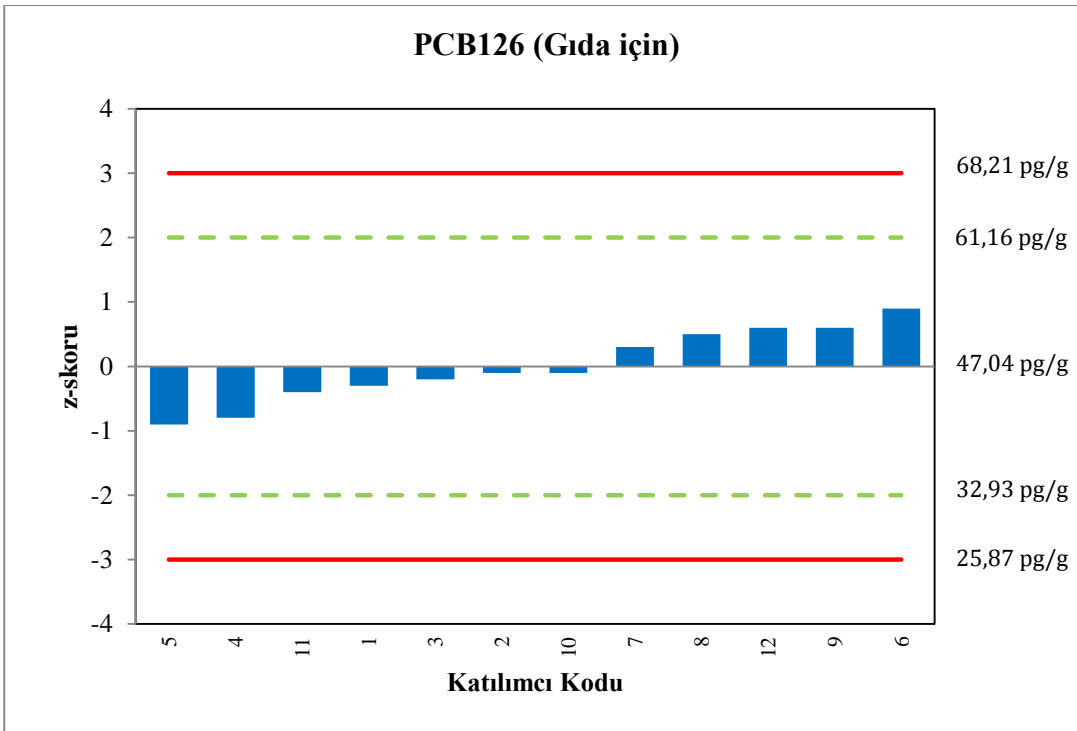
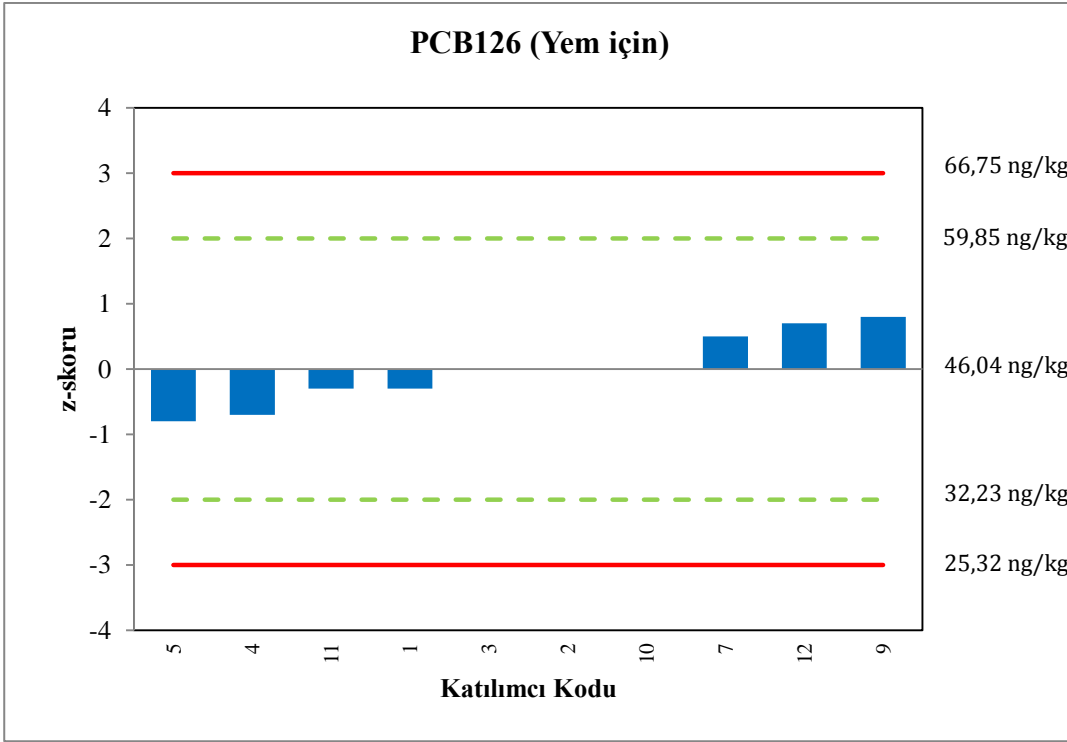
Şekil 17. OCDD için z-skor histogramları



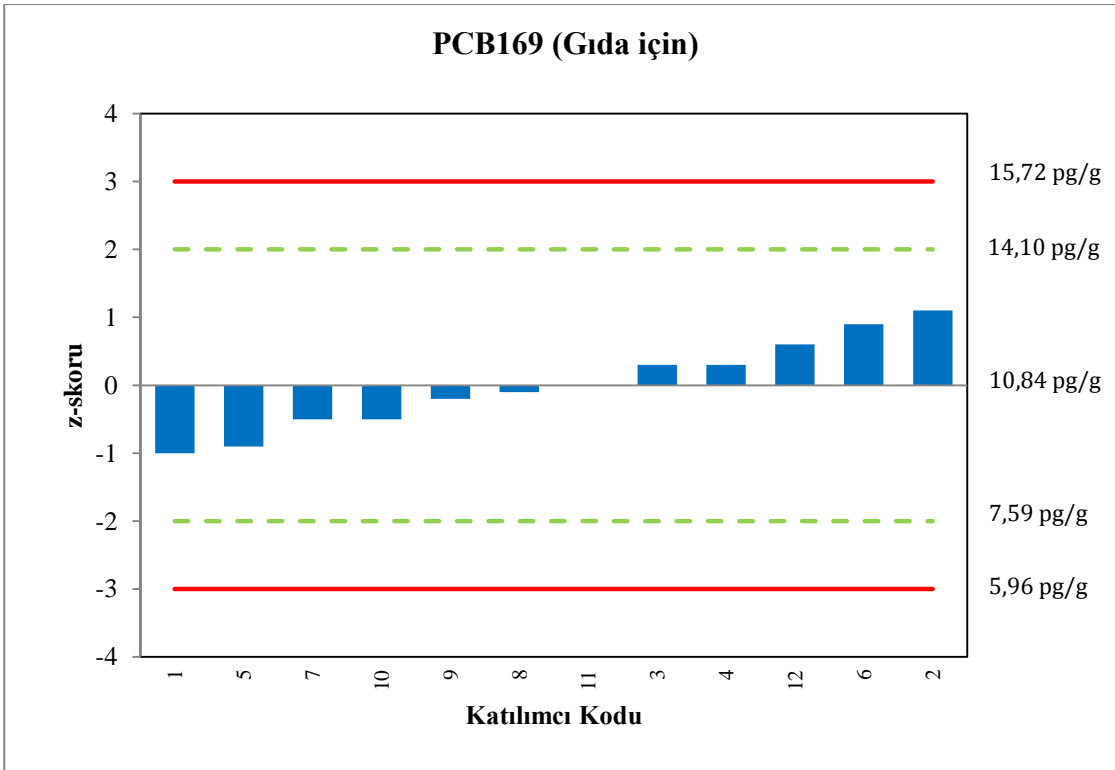
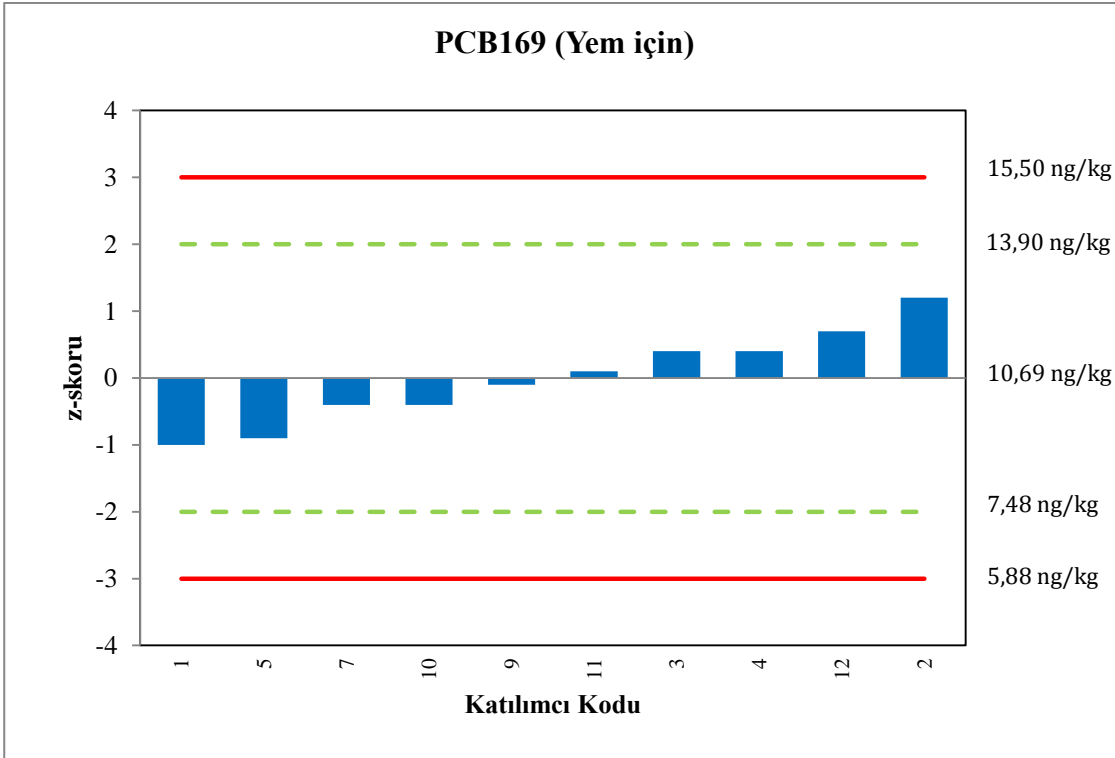
Şekil 18. PCB81 için z-skor histogramları



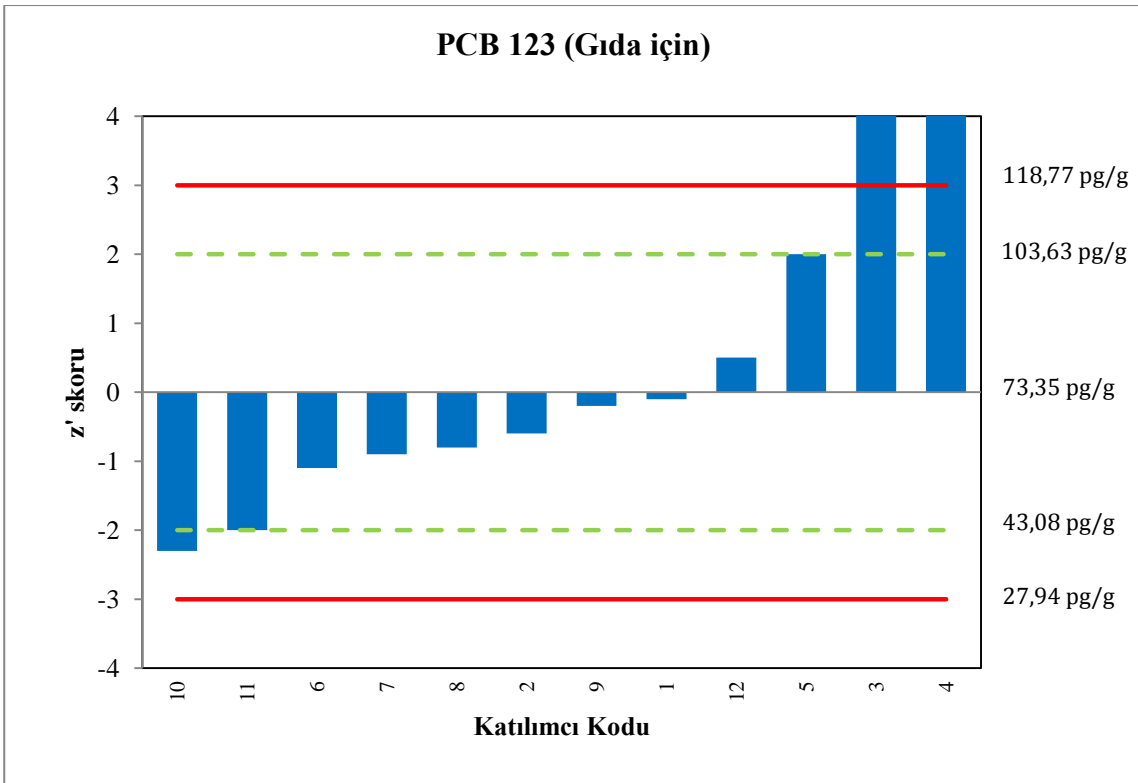
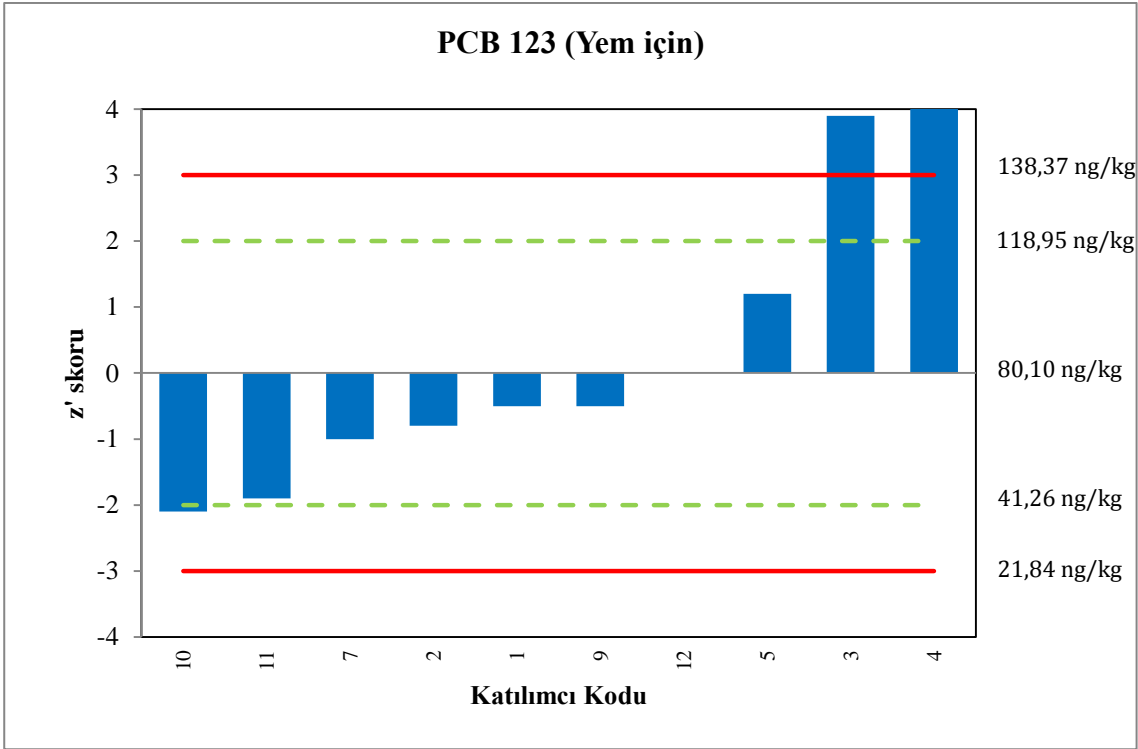
Şekil 19. PCB77 için z-skor histogramları



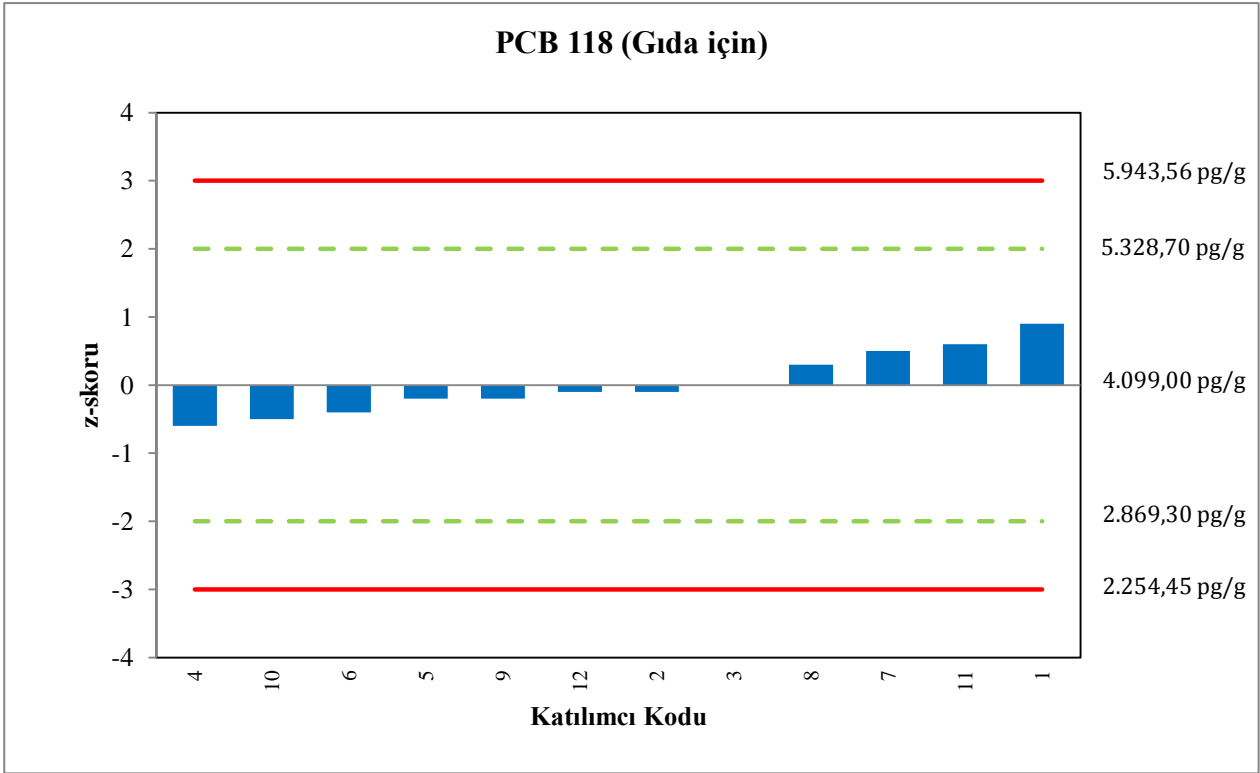
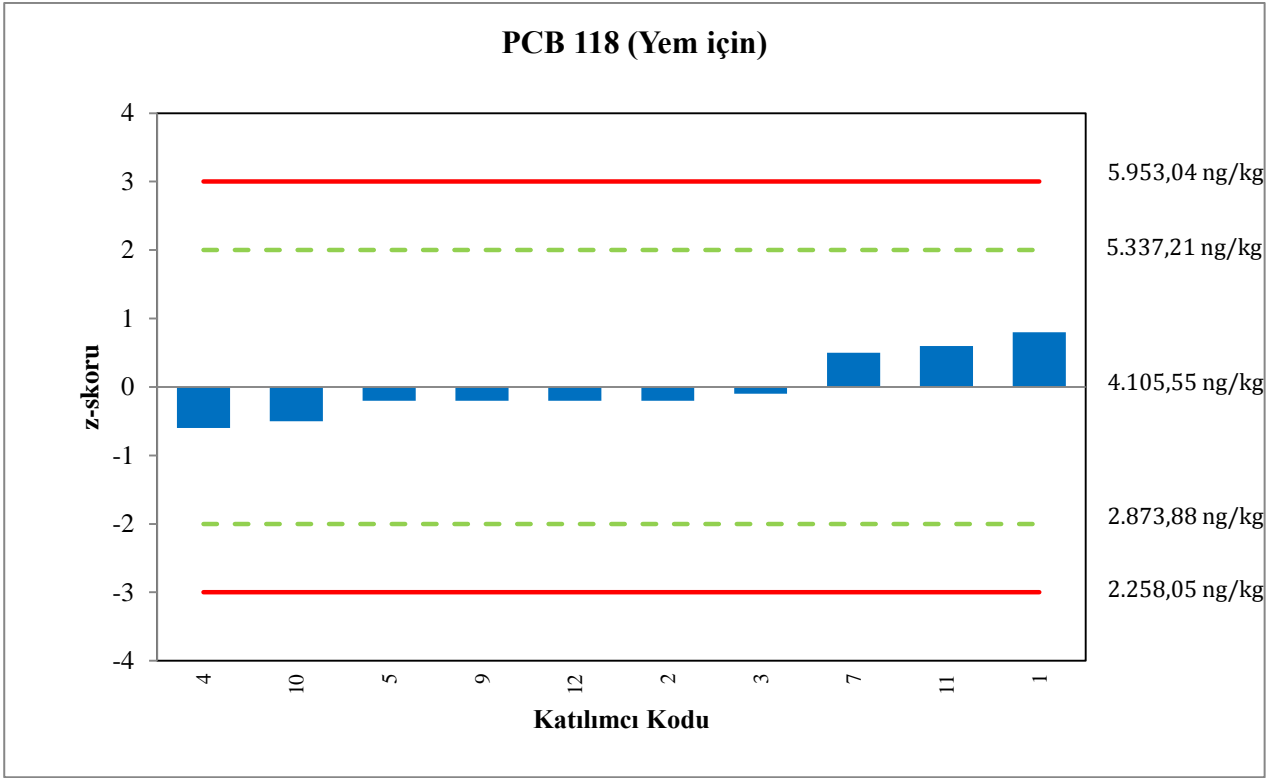
Şekil 20. PCB126 için z-skor histogramları



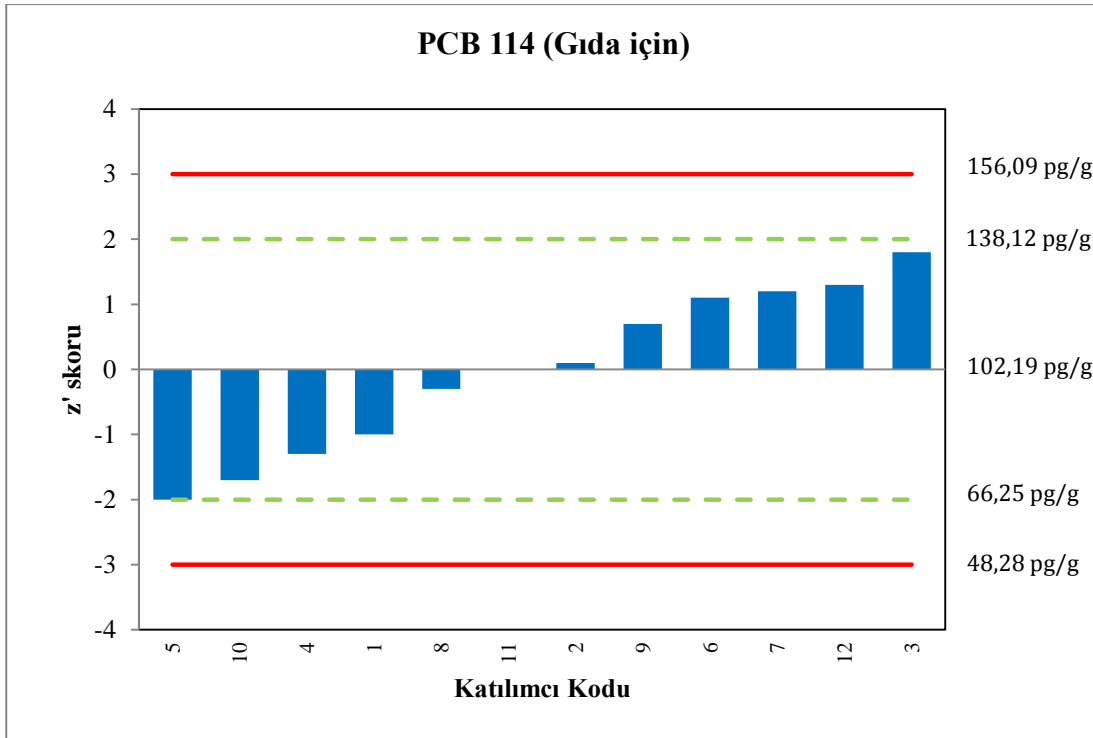
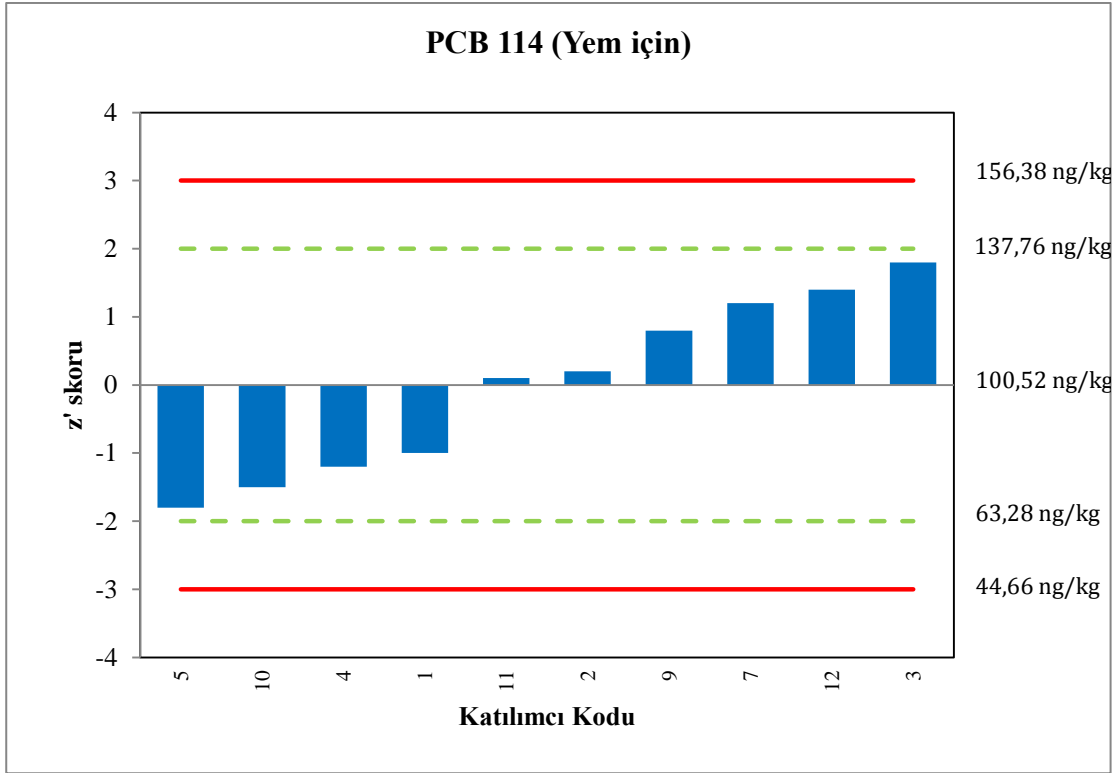
Şekil 21. PCB169 için z-skor histogramları



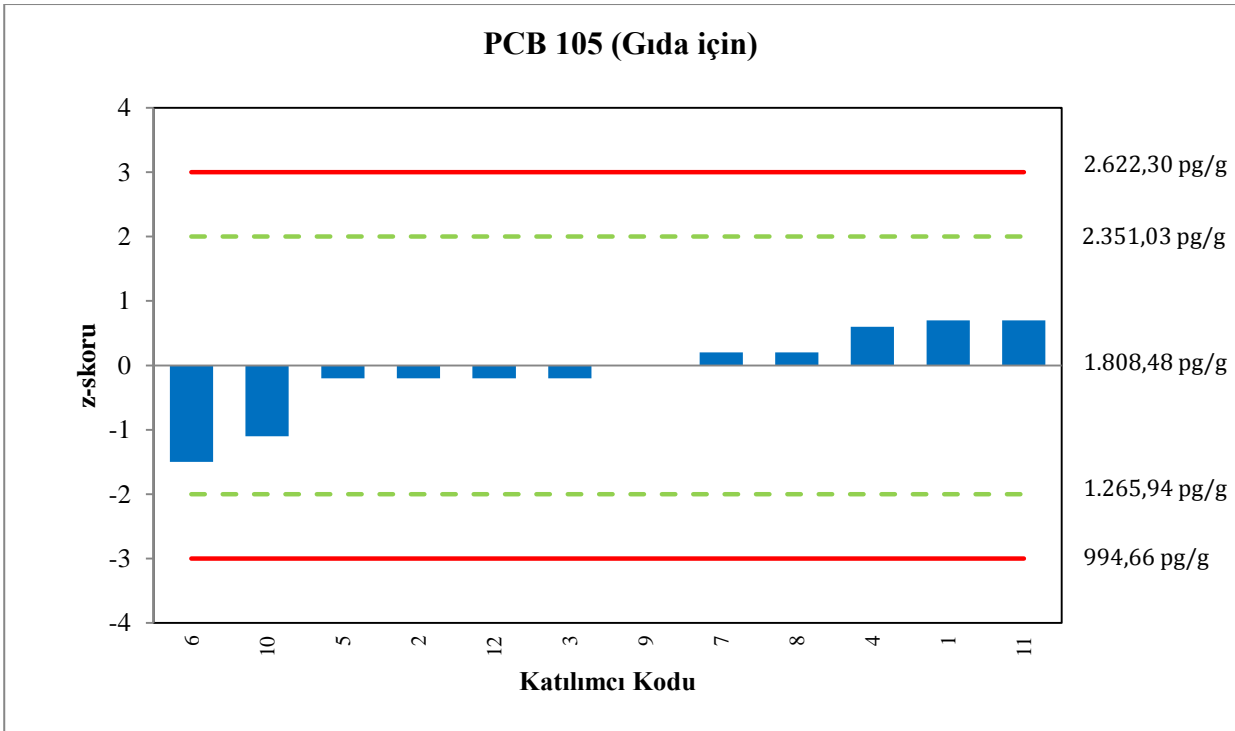
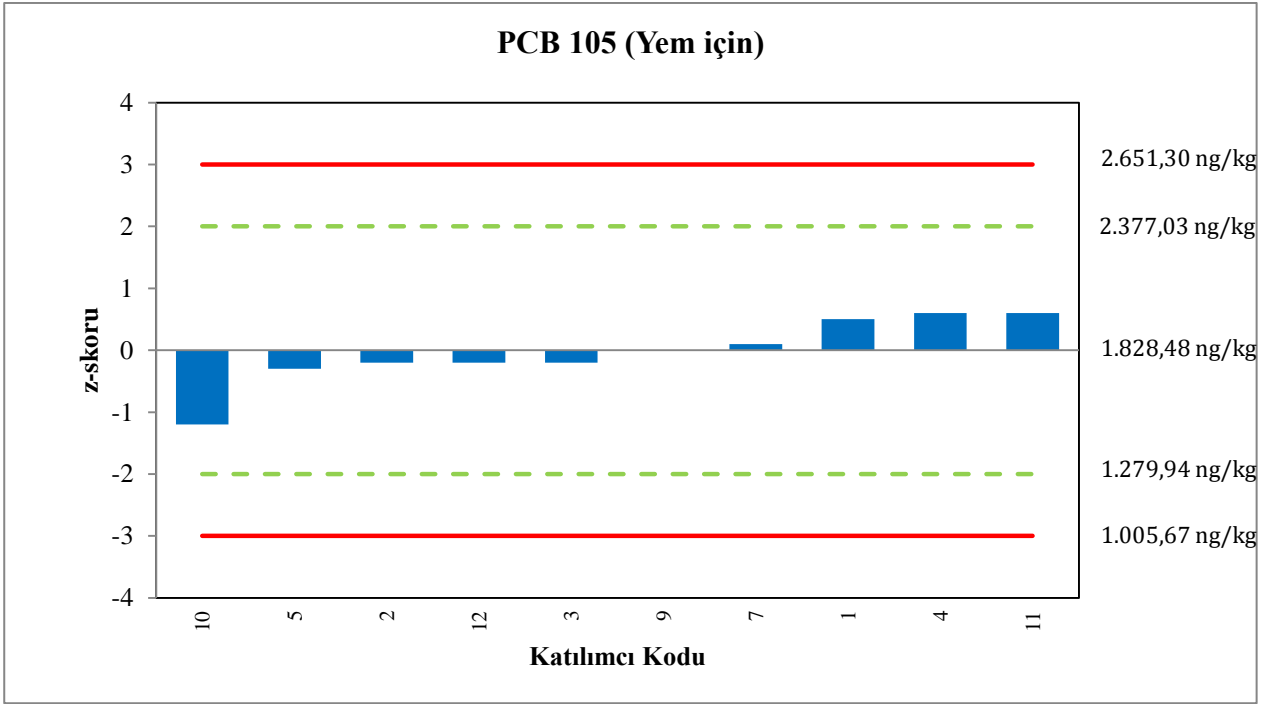
Şekil 22. PCB 123 için z-skor histogramları



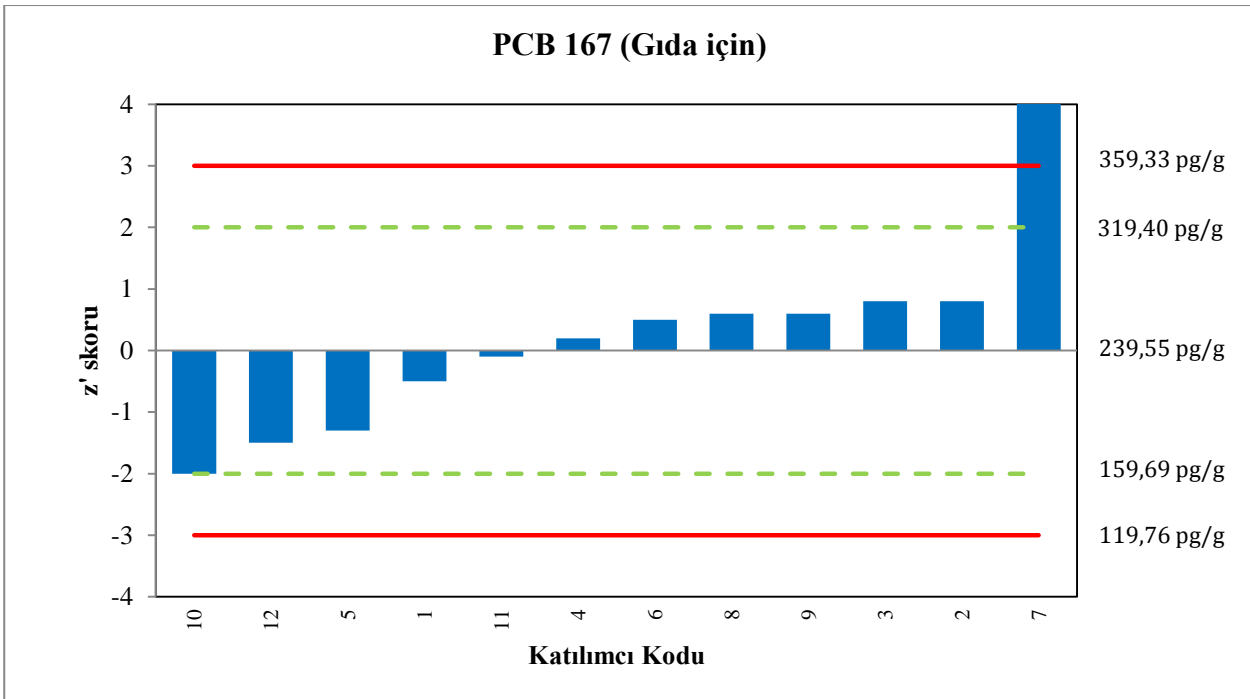
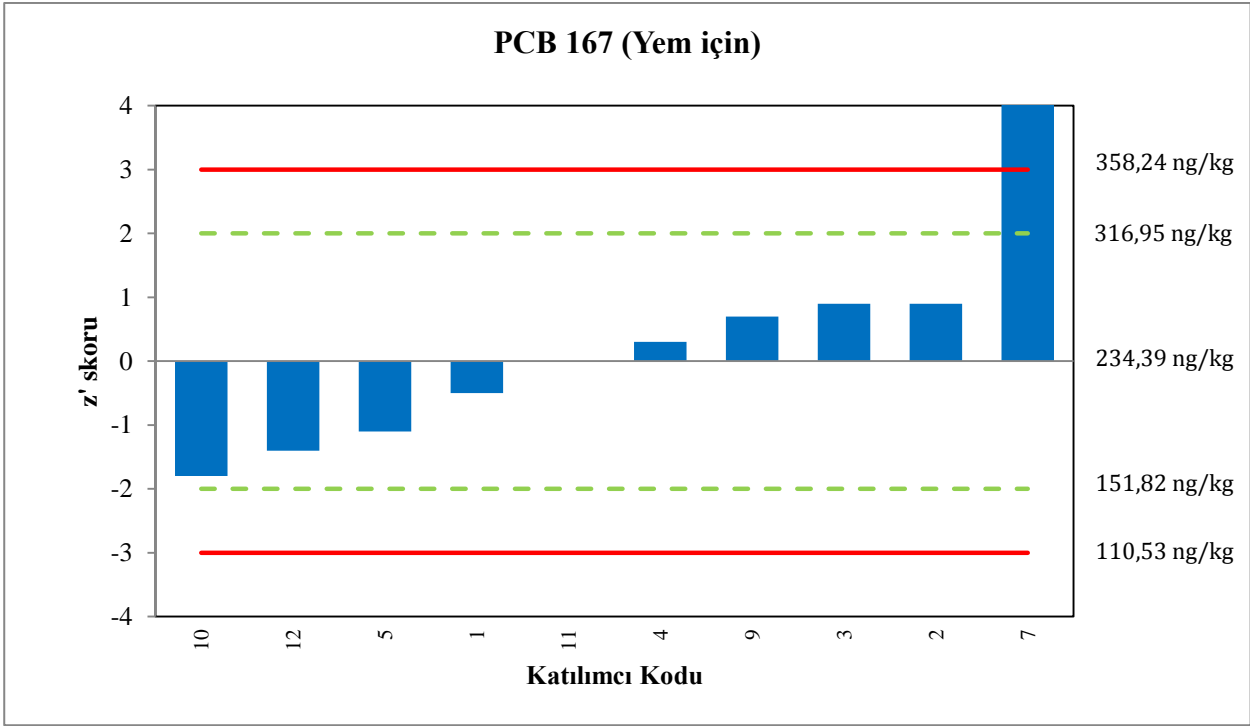
Şekil 23. PCB 118 için z-skor histogramları



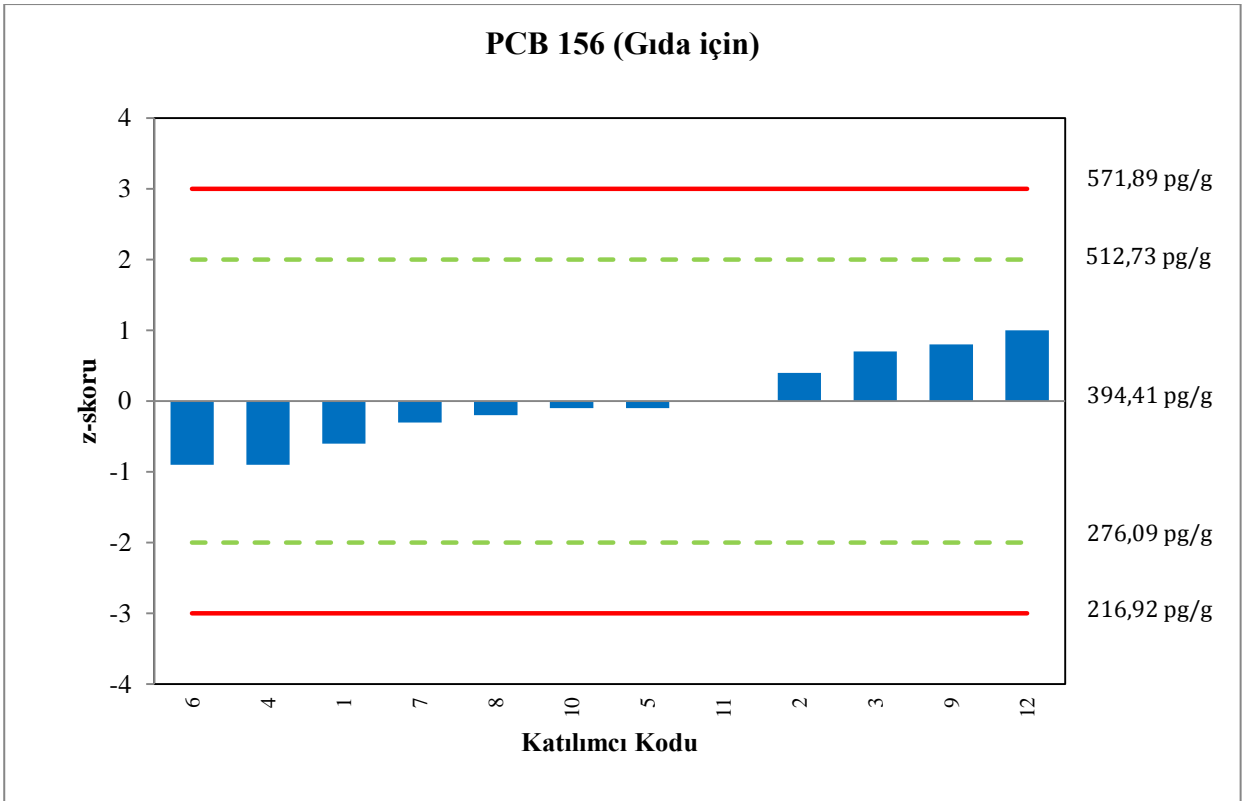
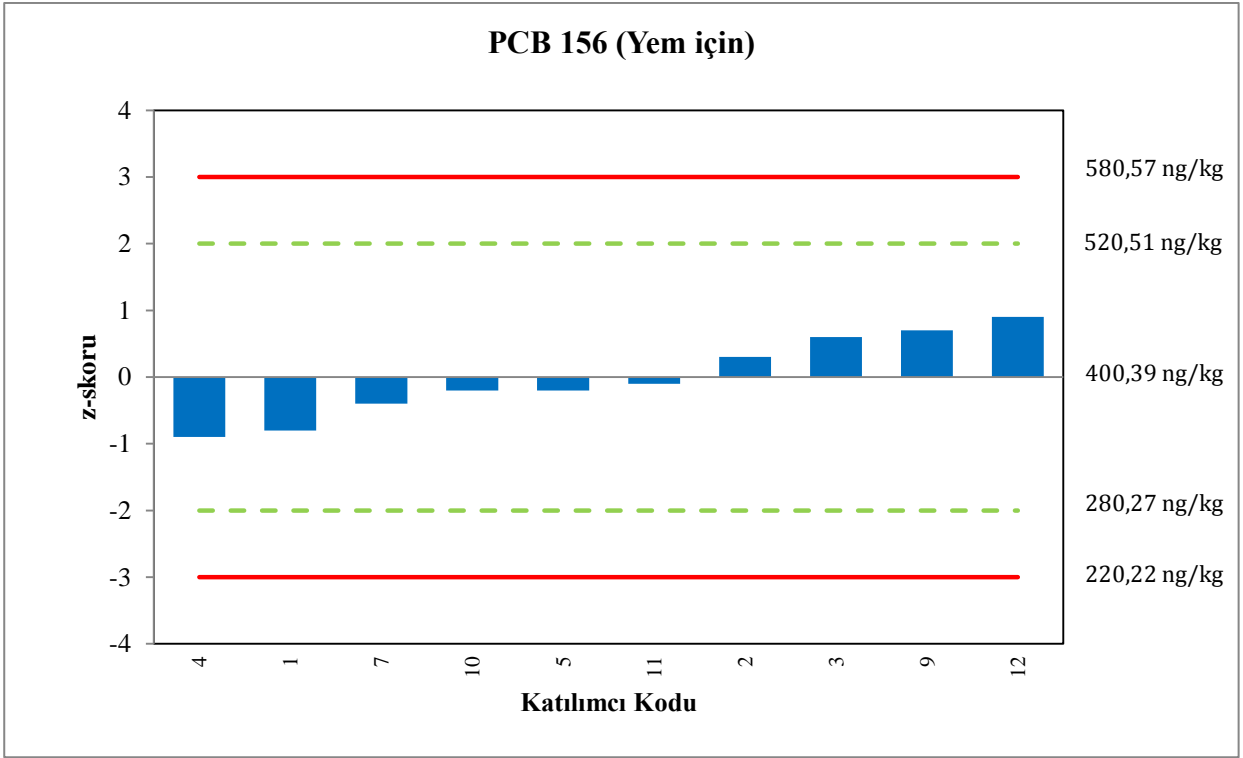
Şekil 24. PCB 114 için z-skor histogramları



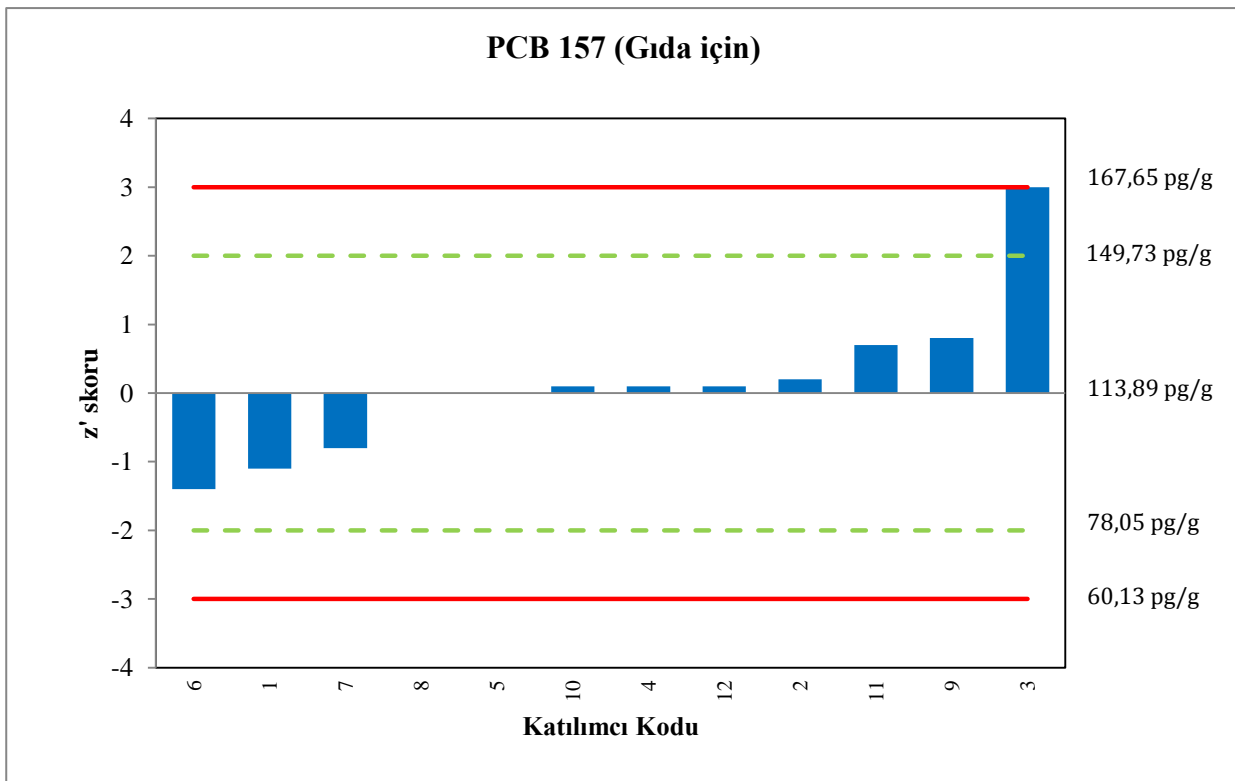
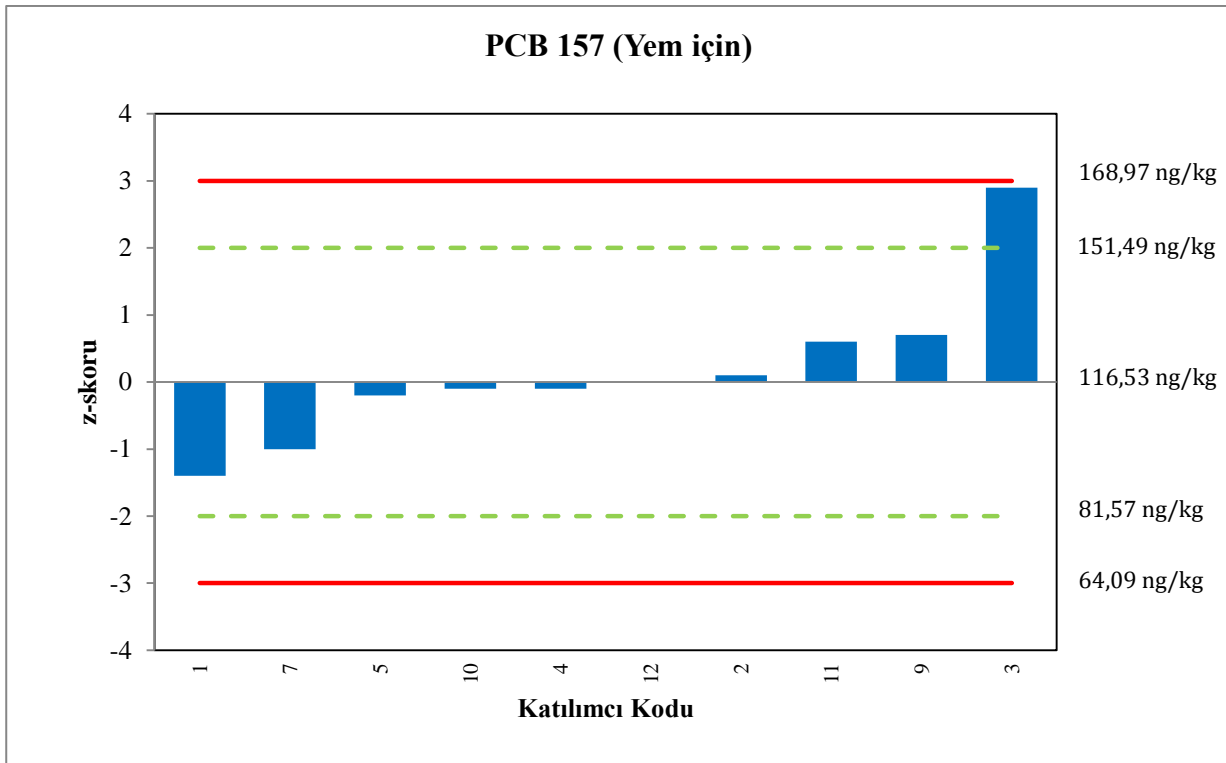
Şekil 25. PCB 105 için z-skor histogramları



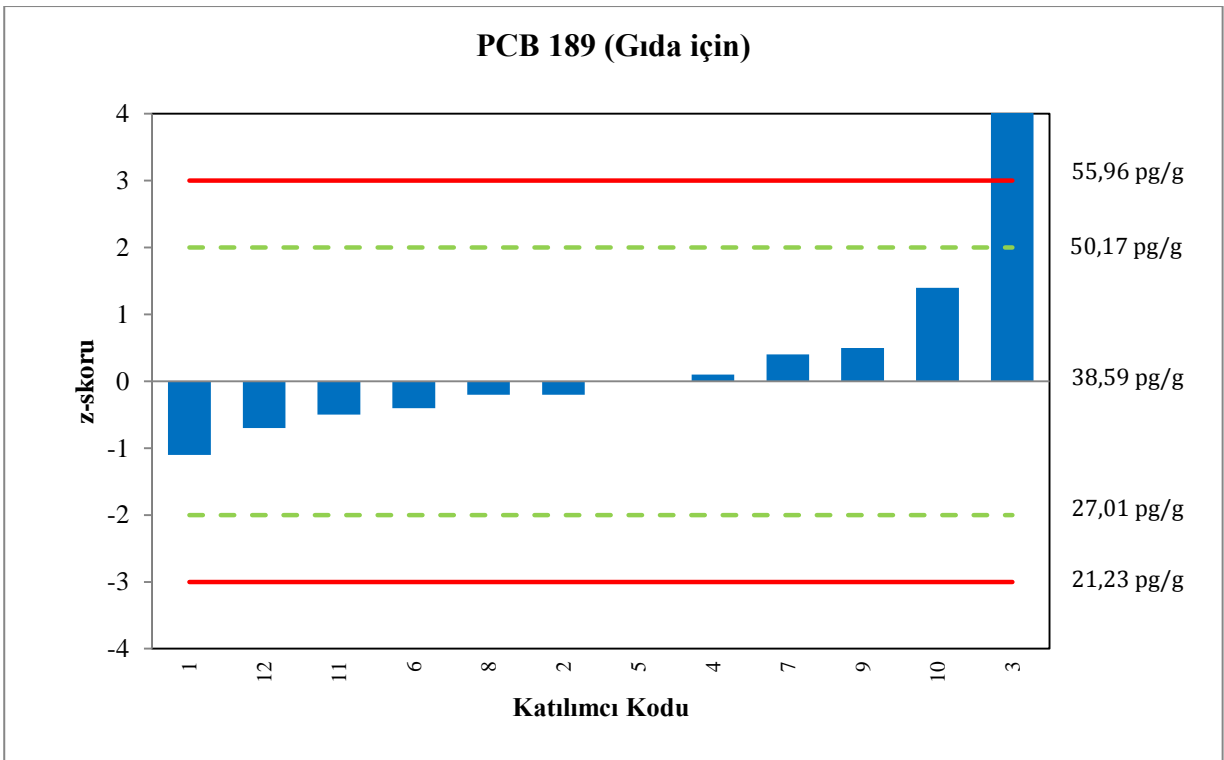
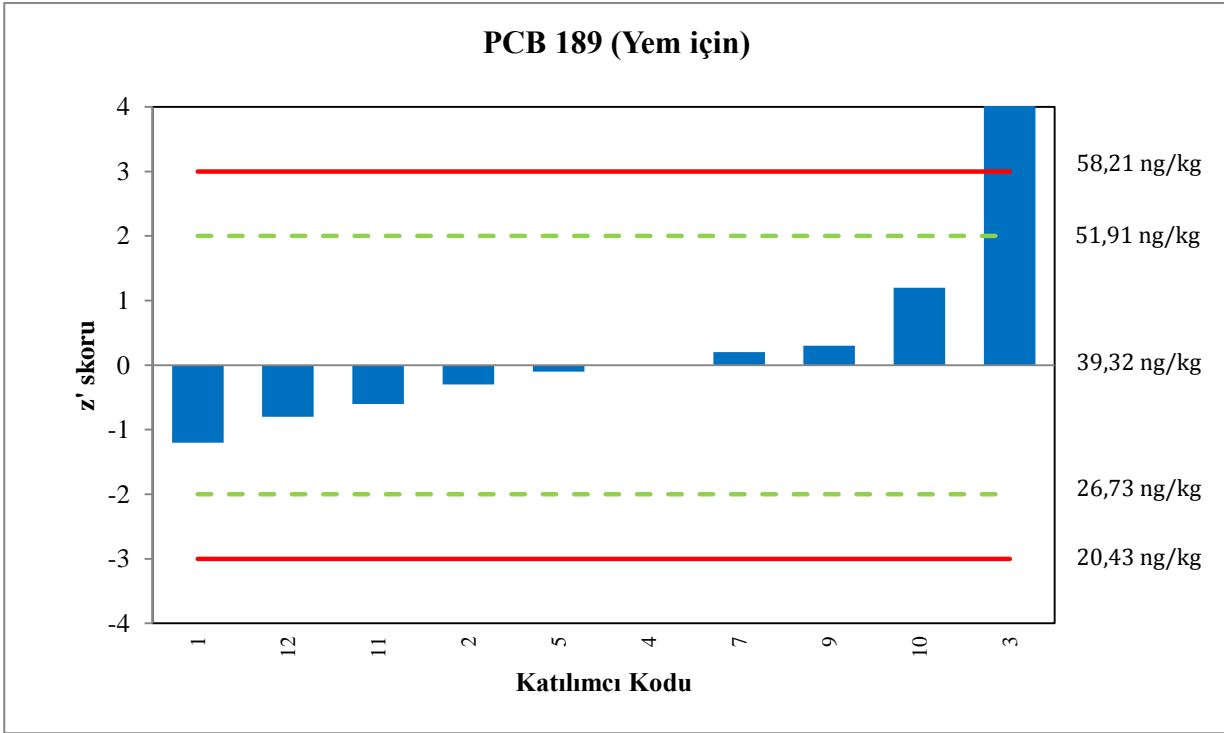
Şekil 26. PCB 167 için z-skor histogramları



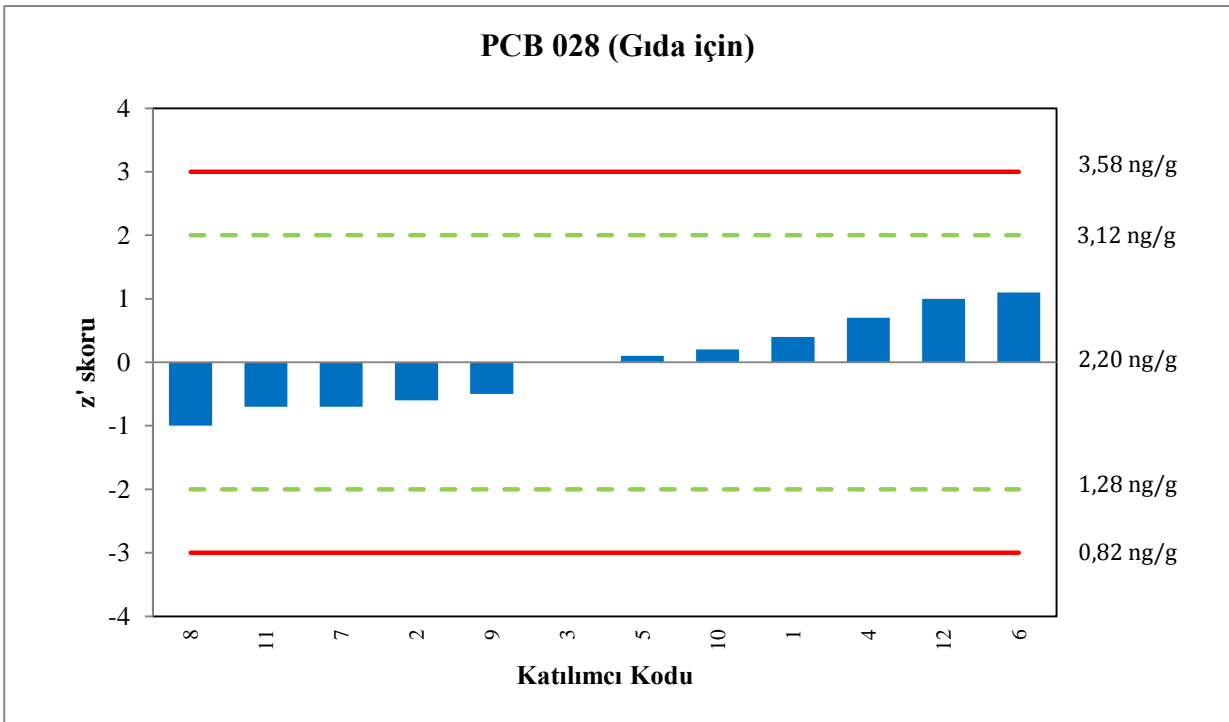
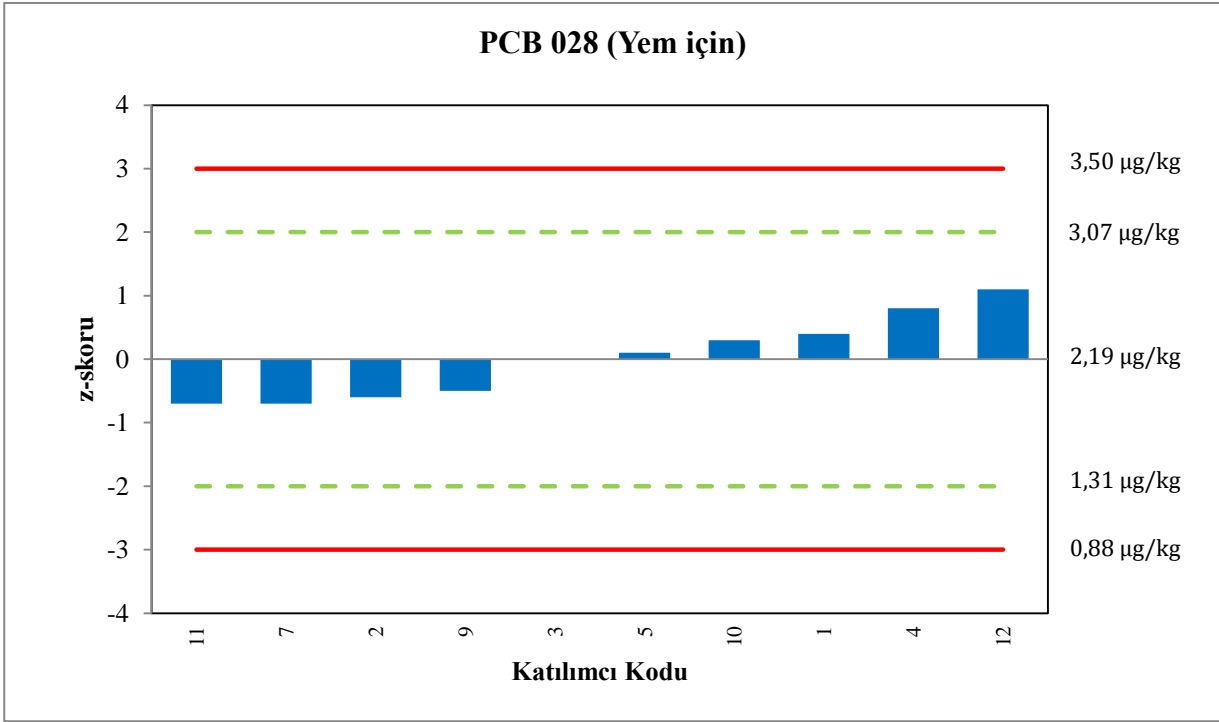
Şekil 27. PCB 156 için z-skor histogramları



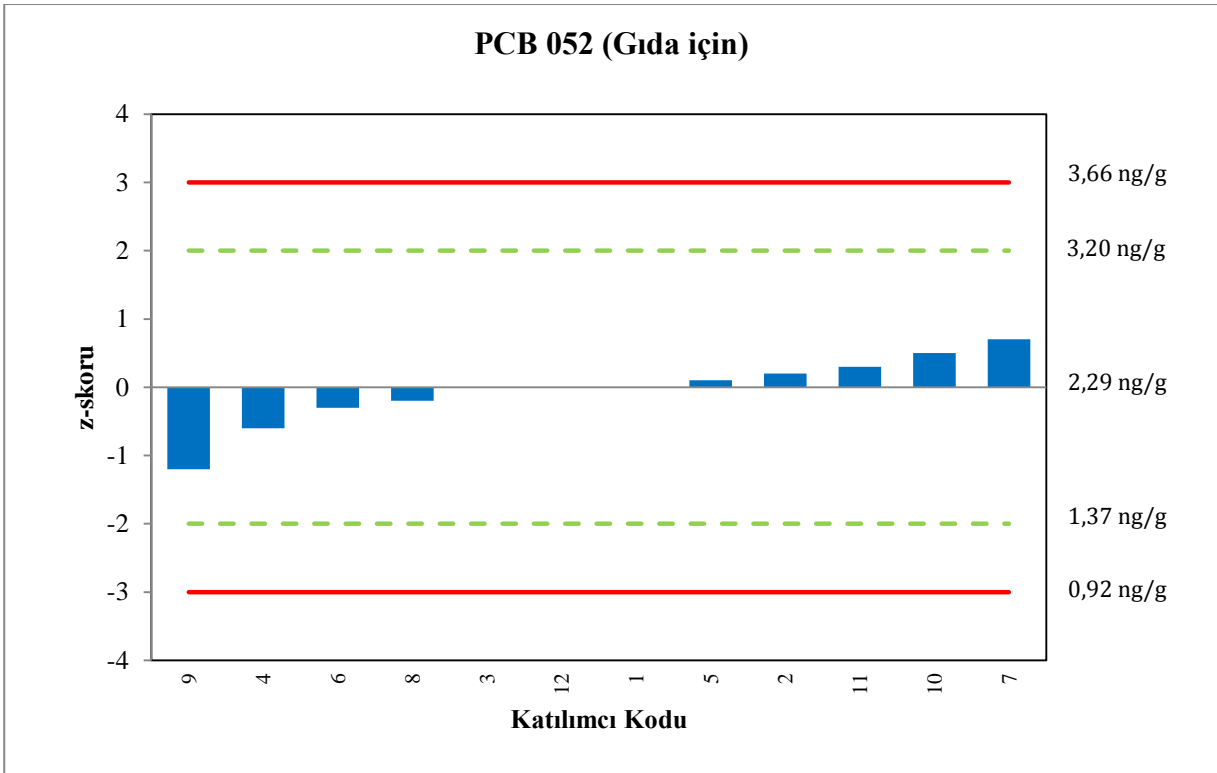
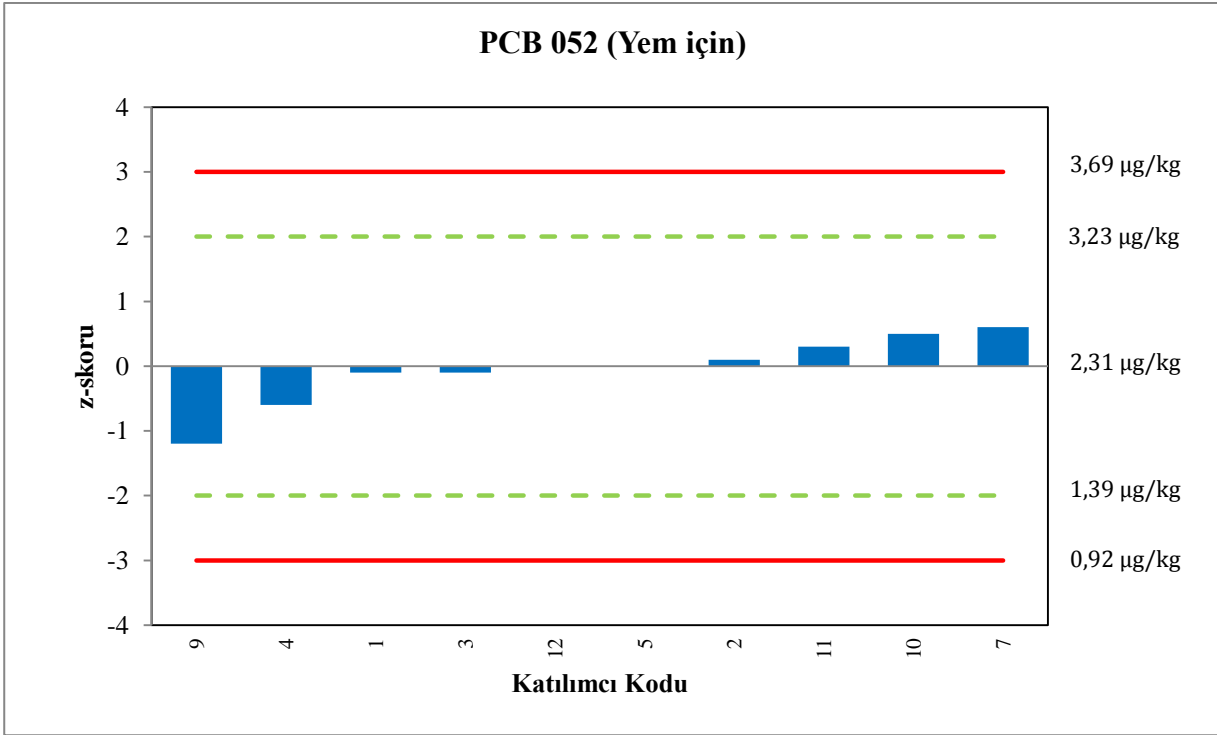
Şekil 28. PCB 157 için z-skor histogramları



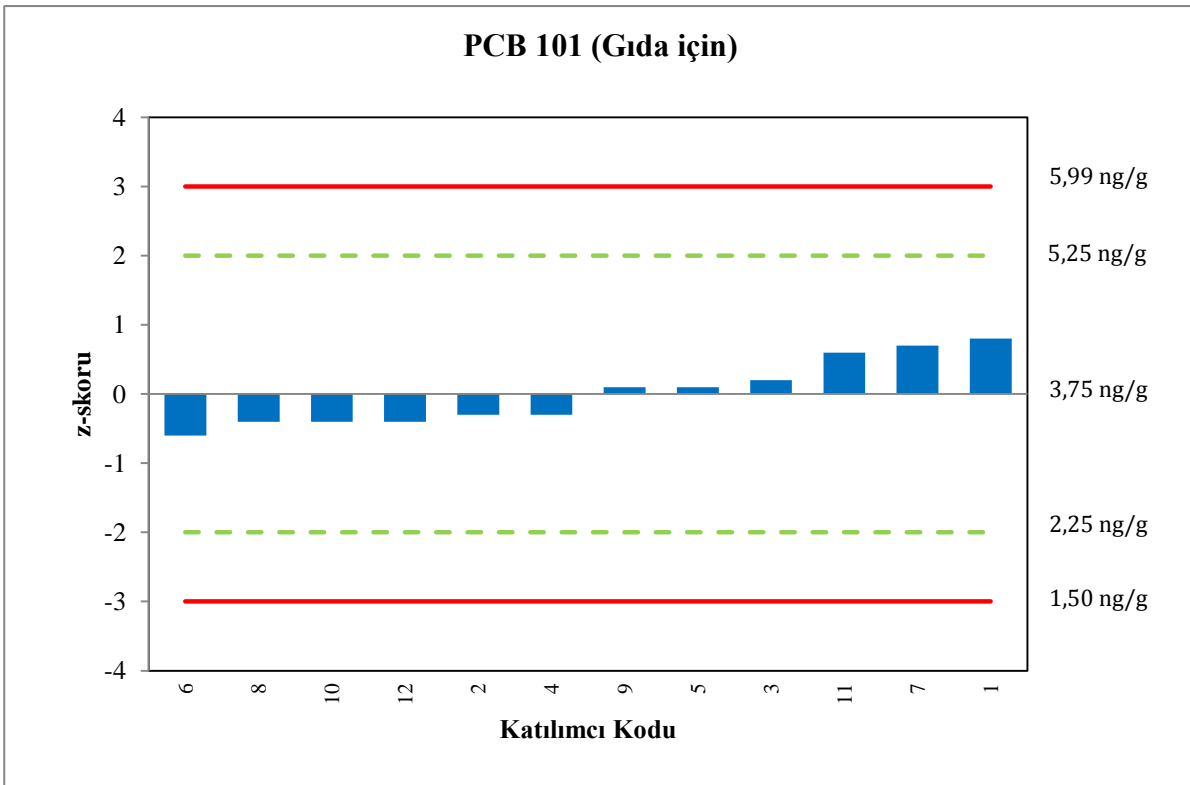
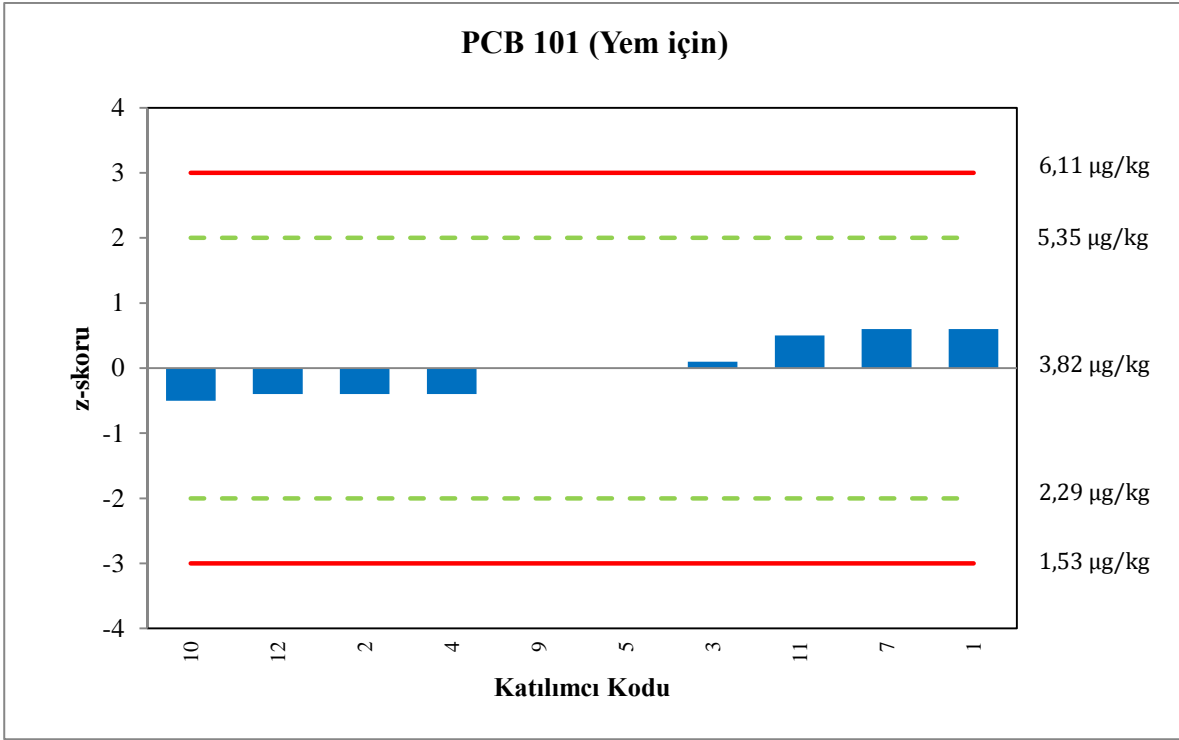
Şekil 29. PCB 189 için z-skor histogramları



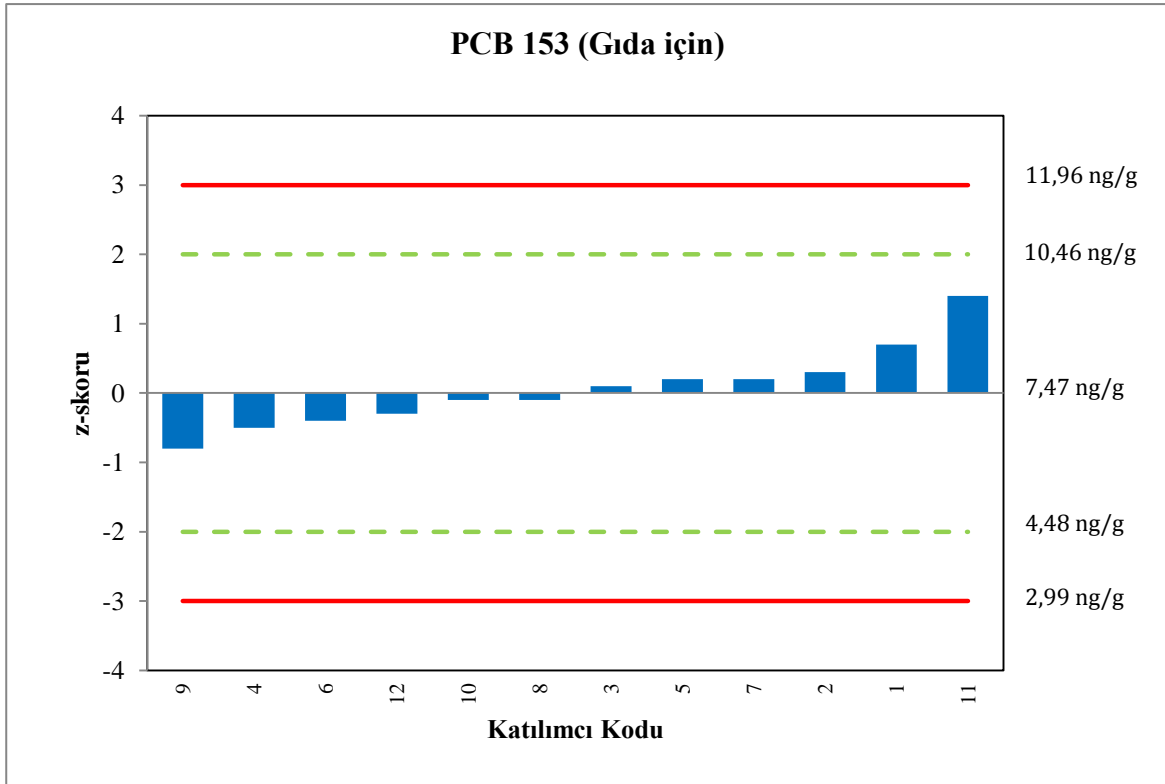
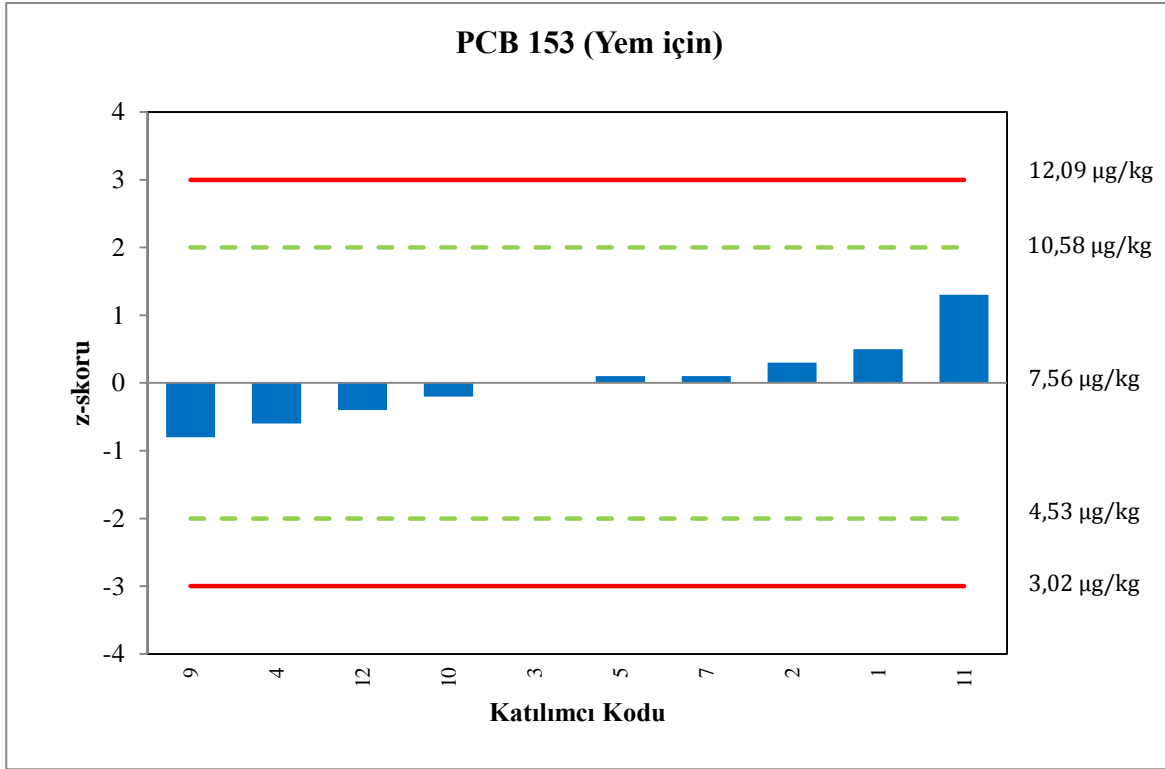
Şekil 30. PCB 028 için z-skor histogramları



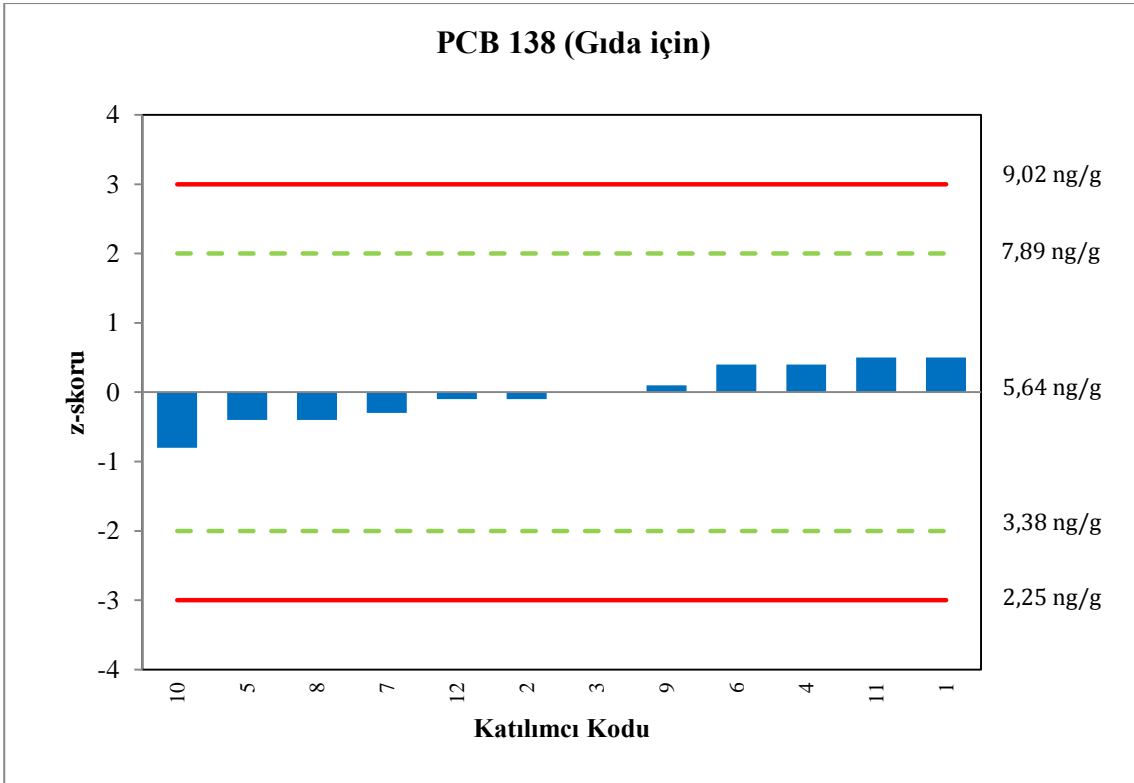
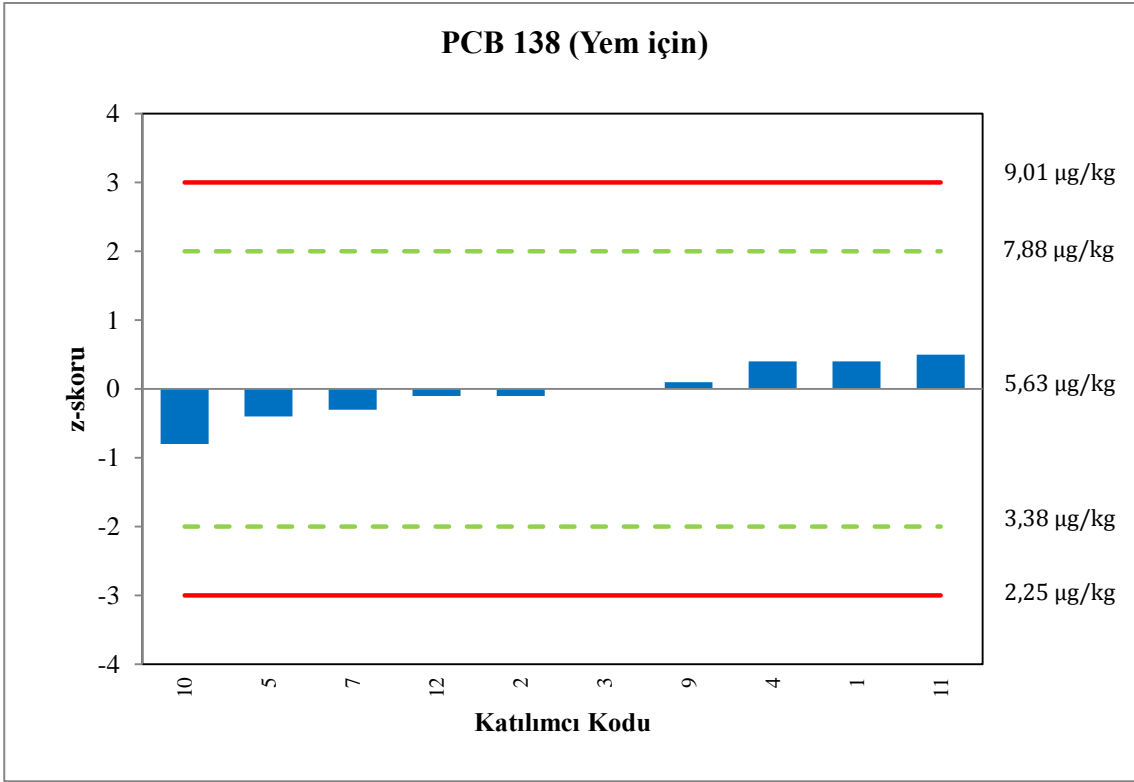
Şekil 31. PCB 052 için z-skor histogramları



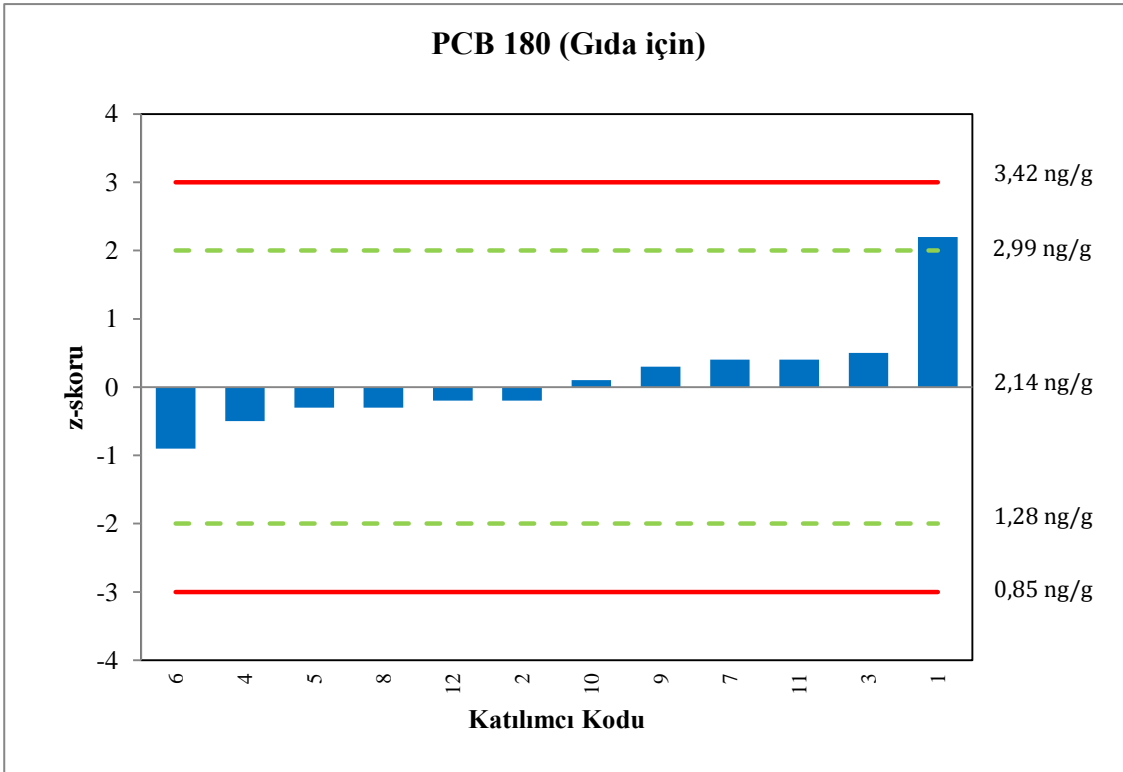
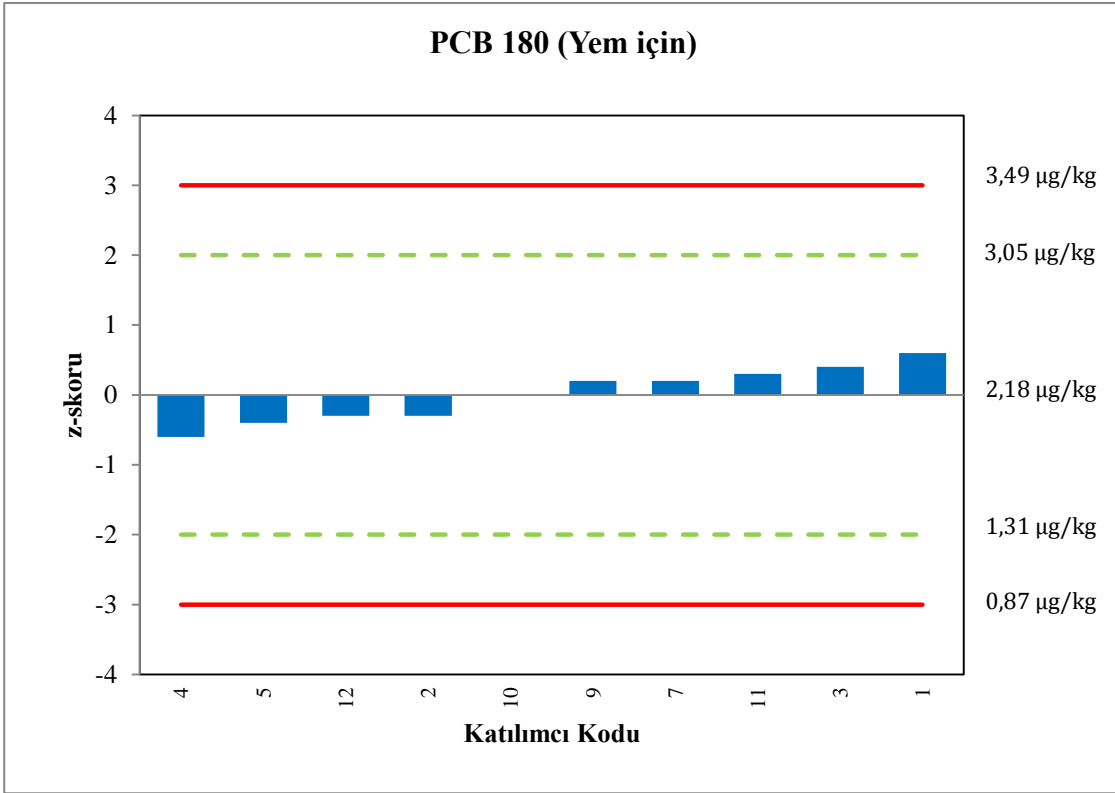
Şekil 32. PCB 101 için z-skor histogramları



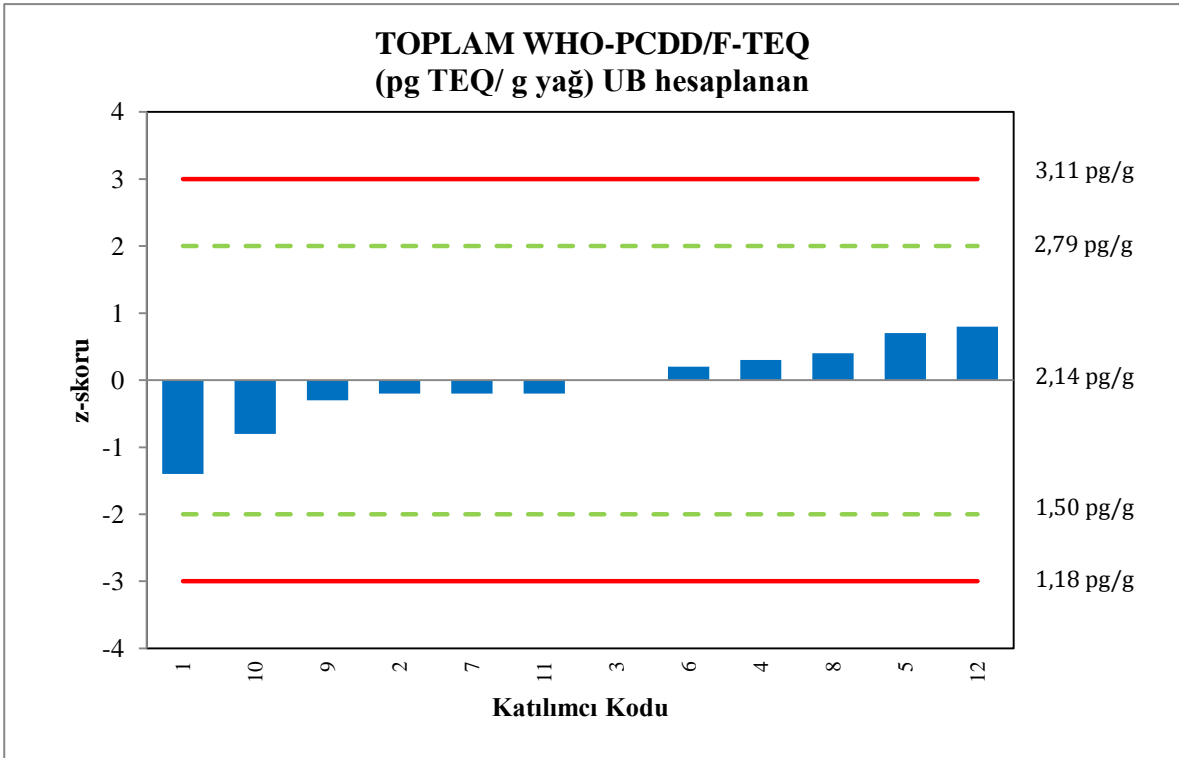
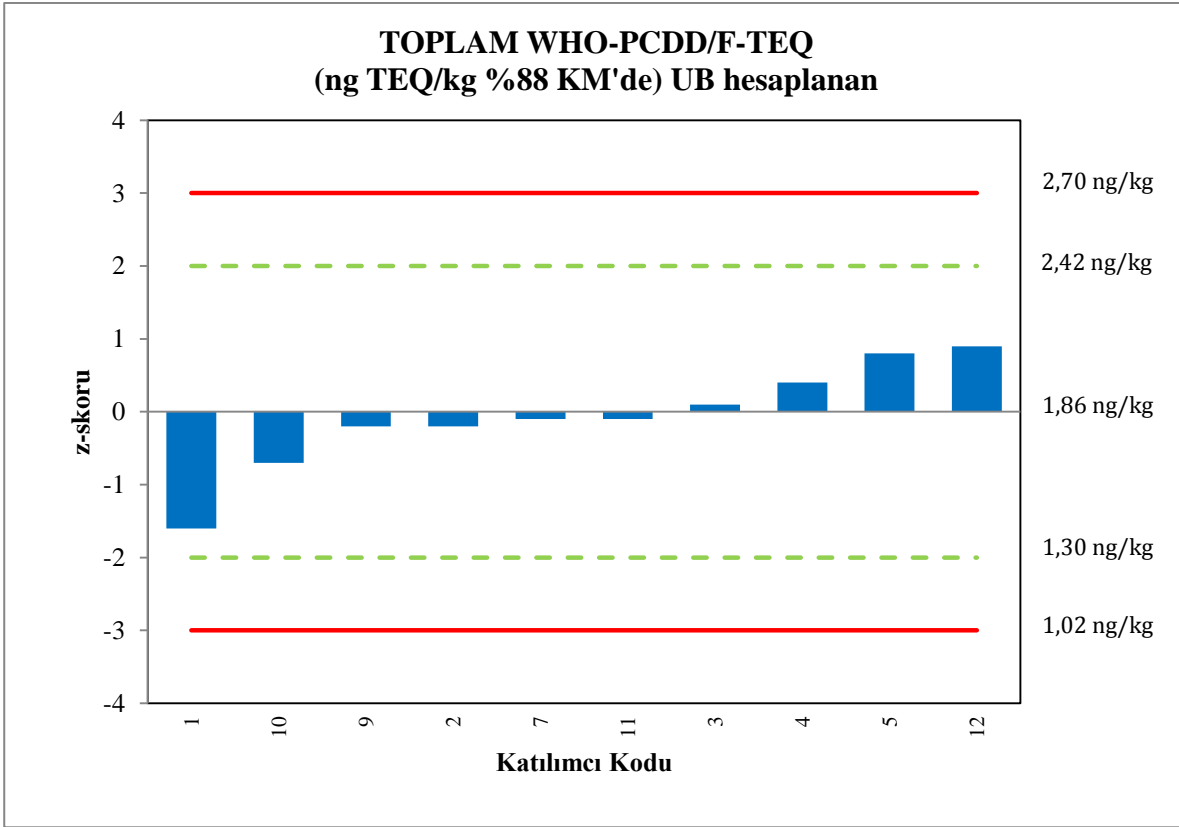
Şekil 33. PCB 153 için z-skor histogramları



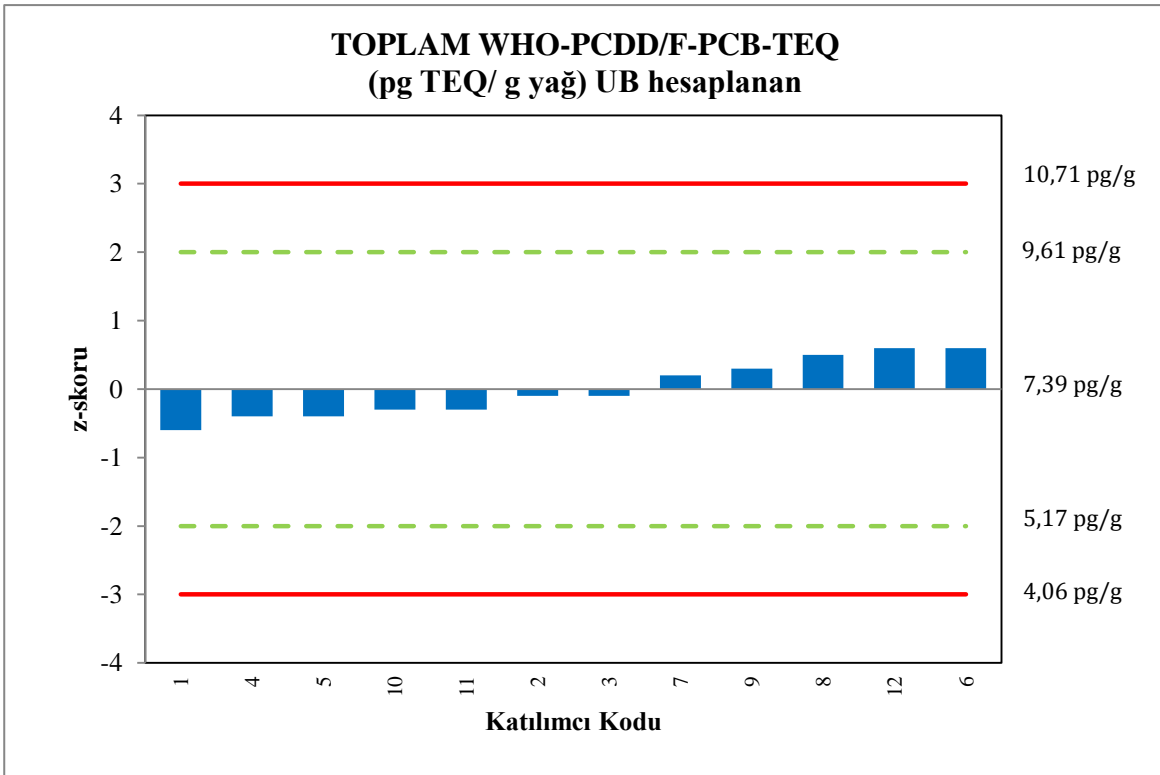
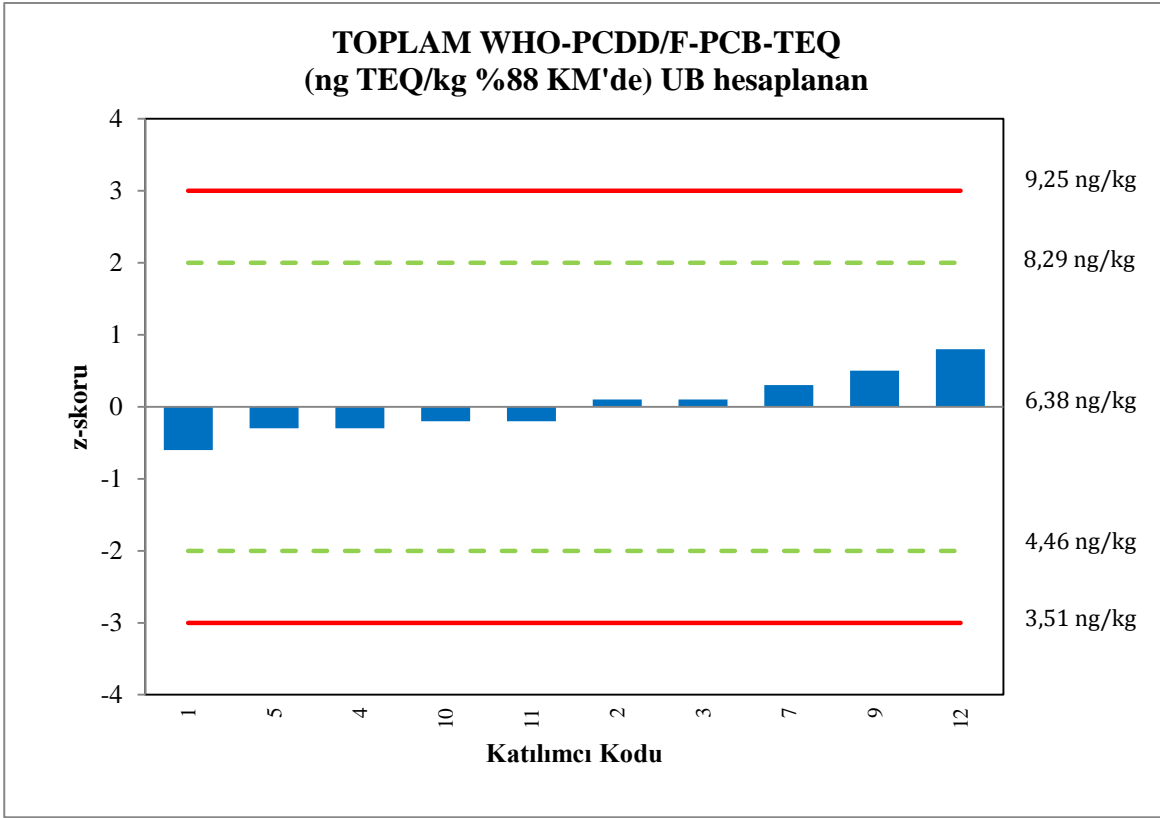
Şekil 34. PCB 138 için z-skor histogramları



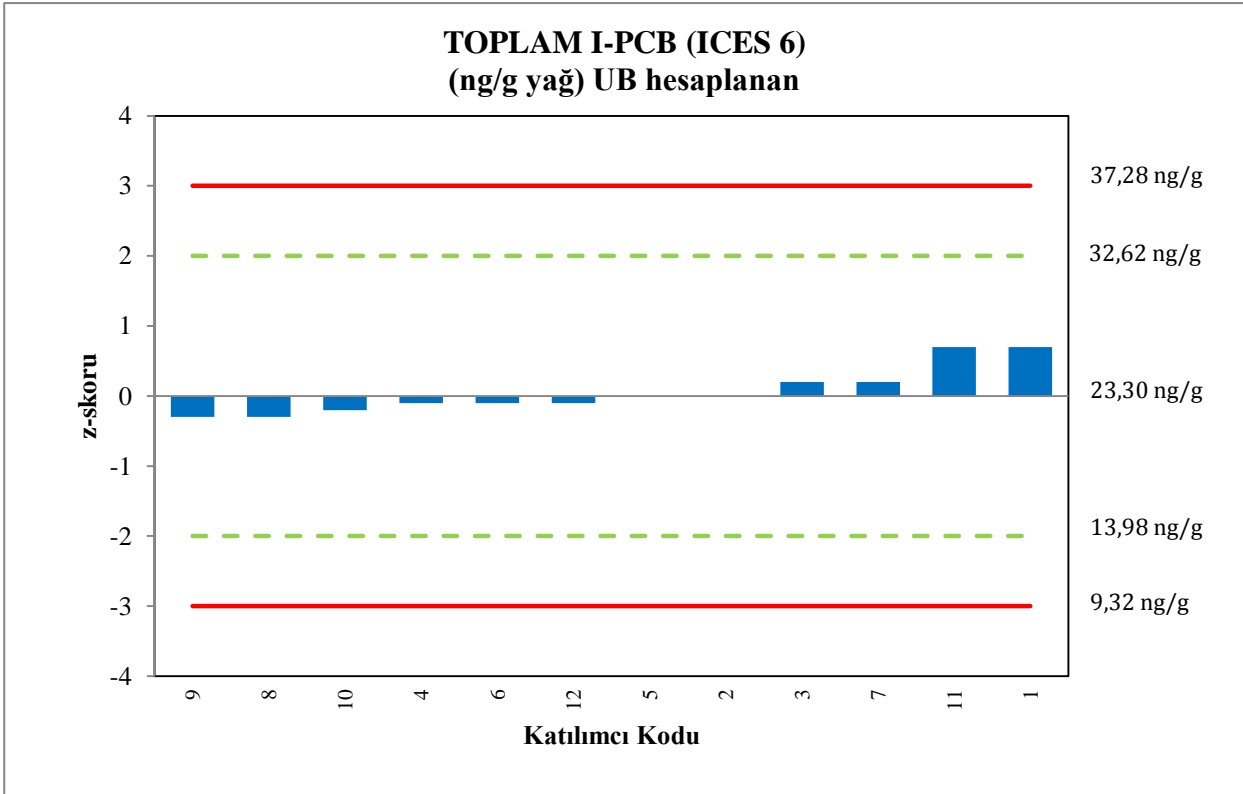
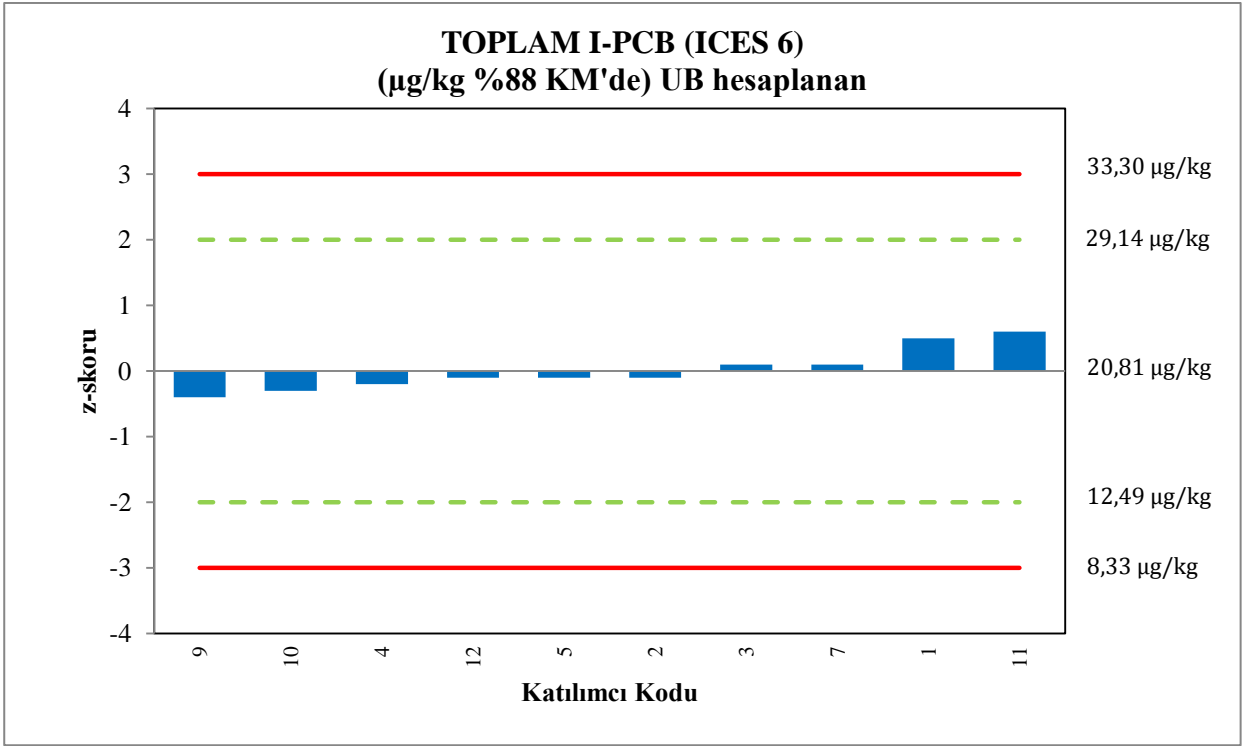
Şekil 35. PCB 180 için z-skor histogramları



Şekil 36. TOPLAM WHO-PCDD/F-TEQ için z-skor histogramları



Şekil 37. TOPLAM WHO-PCDD/F-PCB-TEQ için z-skor histogramları



Şekil 38. TOPLAM I-PCB (ICES 6) için z-skor histogramları

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-DİOKSİN’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların tümünün GC-HRMS veya GC-MS/MS cihazı kullanarak doğrulama yöntemi ile sonuç verdiği; analiz başlangıç aşamasında internal standart eklediği ve çeşitli modellerde otomatik sistemler kullanarak saflaştırma yaptıkları anlaşılmıştır.

6 ve 9 kodlu katılımcılar izotop dilüsyon tekniğini kullanmadıklarını belirtmişlerdir. 7 kodlu katılımcı ise bu soruya yanıt vermemiştir. İzotop dilüsyon tekniği dioksin analizi için bir zorunluluktur. Bu doğrultuda söz konusu laboratuvarlar hesaplama sistemlerini gözden geçirmelidirler.

6 kodlu katılımcı hem ekstraksiyon uygulamadığını hem de PLE kullandığını belirtmiştir. Bu iki bilgi birbiriyle çelişmektedir.

7. GÖZLEMLER

TGK belirli gıdalarda dioksinlerin, dioksin benzeri PCB’lerin ve dioksin benzeri olmayan PCB’lerin seviyesinin resmi kontrolü için numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri tebliği’nde (5) her bir bileşen için değil sadece toplam değerler için kriterler vardır. Aynı şekilde TGK Bulaşanlar Yönetmeliği’nde (6) ve Yemlerde istenmeyen Maddeler Tebliği’nde (7) de sadece toplam değerler için limitler vardır. Bu sebeple, tüm bileşenler için sonuç üretilmiş olsa da temel değerlendirme toplam değerler üzerinden yapılmış olup, tüm katılımcılar başarılı z-skorları elde etmiştir.

Ayrıca aşağıdaki bulgular tespit edilmiştir.

- 1 kodlu katılımcı yem sonuçları için KM düzeltmesi yapmadan sonuç üretmiştir.
- 12 kodlu katılımcının yem için Toplam PCDD/F-DL-PCB sonucu için bildirdiği değer hesaplanan değerden farklıdır.
- 11 kodlu katılımcının hem yemde hem gıdada Toplam PCDD/F ve Toplam PCDD/F-DL-PCB için bildirdiği sonuçlar hesaplanan değerlerden farklıdır.
- Tüm katılımcılar UYGUNLUK değerlendirmesini, ölçüm belirsizliğini bulunan değerden çıkarıp, maksimum limitle karşılaştırma şeklinde yapmış olup 1 kodlu katılımcı ölçüm belirsizliğini toplam sonuca ekledikten sonra maksimum limitle karşılaştırmıştır. Guidance

document on measurement uncertainty for laboratories performing PCDD/F and PCB analysis using isotope dilution mass spectrometry'ye (8) göre ölçüm belirsizliği bulunan sonuçtan çıkarıldıktan sonra maksimum limit ile karşılaştırılıp uygunluğu değerlendirilmelidir.

- 9 kodlu katılımcı gıda için Toplam PCDD/F-DL-PCB sonucu ölçüm belirsizliği de dikkate alınarak UYGUN DEĞİL vermesi gerekirken UYGUN diye raporlamıştır.
- 4 ve 12 kodlu katılımcılar ölçüm belirsizliği değerlendirmesini doğru yapmış olmasına rağmen ölçüm belirsizliğini raporda istenilen % formatında vermemiştir.
- Gıda için Toplam PCDD/F ve Toplam PCDD/F-DL-PCB sonuçları ölçüm belirsizlikleri de dikkate alınarak UYGUNLUK yönünden değerlendirildiğinde, katılımcılar tarafından bulunan sonuç ve ölçüm belirsizlikleri farkları sebebiyle, farklı değerlendirmeler yapılmıştır. Bu durum son derece normaldir. Ancak ölçüm belirsizliğinin mümkün olan en düşük düzeyde tutulması önemlidir. Bu sebeple, genişletilmiş ölçüm belirsizliklerinin Guidance document on measurement uncertainty for laboratories performing PCDD/F and PCB analysis using isotope dilution mass spectrometry'de belirtildiği üzere Toplam PCDD/F ve Toplam PCDD/F-DL-PCB için %38'in, Toplam İndikatör PCB'ler için %53'ün altında tutulması hedeflenmelidir.

8. REFERANSLAR

- (1) ISO 13528:2015 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”
- (2) Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R., The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl. Chem., 2006. 78(1): 145–196.
- (3) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (4) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.
- (5) TGK belirli gıdalarda dioksinlerin, dioksin benzeri PCB'lerin ve dioksin benzeri olmayan PCB'lerin seviyesinin resmi kontrolü için numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri tebliği, Tebliğ No:2015/32 Sayı:29429
- (6) TGK Bulaşanlar Yönetmeliği, 29 Aralık 2011 tarihli ve 28157(3. Mükerrer) sayılı Resmi Gazete
- (7) Yemlerde İstenmeyen Maddeler Hakkında Tebliğ, Tebliğ No:2014/11 Resmi Gazete:19 Nisan 2014 Sayı 28977
- (8) Guidance document on measurement uncertainty for laboratories performing PCDD/F and PCB analysis using isotope dilution mass spectrometry, 2017