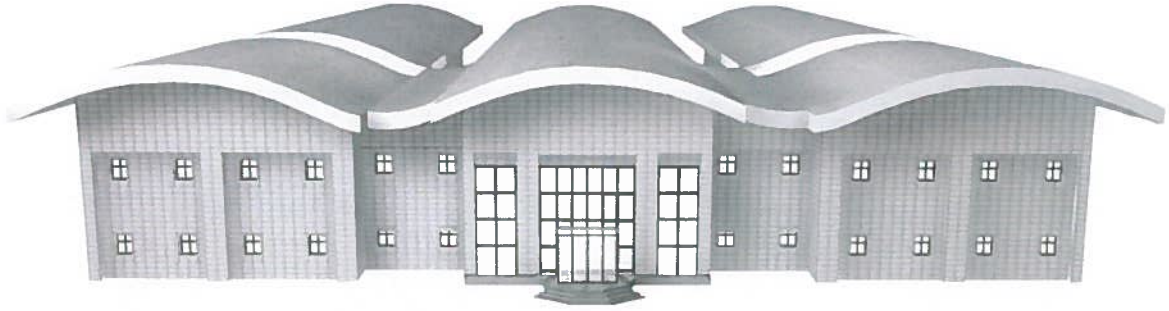




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Üzüm Pekmezi Fe (Demir), Cu (Bakır), Zn (Çinko)
UGRL YT Raporu- MİN006
MART-NİSAN 2019

GENEL BİLGİLER

YT Çevrimi Adı: Üzüm pekmezi Fe (Demir), Cu (Bakır), Zn (Çinko)

YT Çevrimi Kodu: MİN006

Test Materyali Gönderme Tarihi: 12/03/2019

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 12/04/2019

Rapor Yayın Tarihi: 29/04/2019

Raporu Hazırlayan(lar):



Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü



Dr. Gizem Işıl BEKTAŞ
Mineral Madde Bölümü

Çevrim Koordinatörü:



Dr. Gizem Işıl BEKTAŞ
Mineral Madde Bölümü

YT Koordinatörü:



Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

Tel.: 0312 327 41 81 / 1149(dahili)

e-posta: ugrl@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: ugrl@tarimorman.gov.tr

Web: <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans>

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
1. GİRİŞ	5
2. GİZLİLİK	5
3. TEST MATERYALİ	6
3.1. HAZIRLAMA	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	6
3.3. DAĞITIM	9
4. SONUÇLAR	9
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	9
5.1. ATANMIŞ DEĞER	9
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	10
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	10
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z VE Z'-SKORLARI	11
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	18
7. GÖZLEMLER	25
8. REFERANSLAR	25

TABLolar

Tablo 1. Üzüm pekmezi Fe ,Cu, Zn Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	7
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	8
Tablo 4. Her bir analiz için özet istatistik değerlendirmesi.....	11
Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	12
Tablo 6. $ z \leq 2$ $ z' \leq 2$ aralığında yer alan z ve z'-skoru sayısı ve yüzdesi	12
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z ve z'-skorları.....	13
Tablo 8. Katılımcı yorumları.....	17
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri	18

ŞEKİLLER

Şekil 1. Demir (Fe) z-skorları Histogramı.....	14
Şekil 2. Bakır (Cu) z-skorları Histogramı.....	15
Şekil 3. Çinko (Zn) z'-skorları Histogramı.....	16

ÖZET

Üzüm pekmezi Demir (Fe), Bakır (Cu), Çinko (Zn) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 [1] esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 37 katılımcıya, 12/03/2019 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 g test materyali (üzüm pekmezi) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan Demir (Fe), Bakır (Cu) ve Çinko (Zn) elementleri için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan MİN006 kodlu çevrime özgü ‘MİN006-Analiz Sonuç Bildirim Formu’ ile toplanmıştır. 36 katılımcı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına [2] uygun olarak, test materyalinde yer alan Demir (Fe), Bakır (Cu) ve Çinko (Zn) elementleri için atanmış değer (x_{pt}), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Katılımcı sonuçları neticesinde Çinko (Zn) elementi için $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlanamadığı için katılımcı performanslarının değerlendirilmesinde bu element için z' skoru kullanılmıştır.

Her bir katılımcı için z-skoru ve z'-skoru, atanmış değer (x_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ve $|z'| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.

- Üzüm pekmezi Fe, Cu, Zn Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti Tablo 1’de verilmektedir

Tablo 1. Üzüm pekmezi Fe, Cu, Zn Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	$ z \leq 2$ $ z' \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$ % $ z' \leq 2$
Demir (Fe)	16,655	30	32	94
Bakır (Cu)	4,781	35	36	97
Çinko (Zn)	1,965	25	33	76

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 fıkra 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 materyalinin hazırlanması için piyasadan alınan üzüm pekmezi kullanıldı. Demir (Fe), Çinko (Zn) miktarı için standart çözelti ile zenginleştirilme yapılmayıp doğal halinde bırakıldı. Bakır (Cu) miktarı için ise standart çözeltiyle zenginleştirme yapıldı. Daha sonra üzüm pekmezi homojen hale getirildi. Üzüm pekmezi örneği yeterlilik test materyali kaplarına en az 50 g olacak şekilde aktarılarak numaralandırıldı. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edildi.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

ISO 13528 Standardı 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. İstatiksel değerlendirme ($s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$) homojenliğin yeterli olduğunu göstermektedir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik verileri ve istatiksel 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 kadar oda 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 [3]. Kararlılık deneylerine ait sonuçlar ve istatistiksel değerlendirme ($|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3 \sigma_{pt}$) Tablo 3’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Demir (Fe)

ISO 13528'e göre	Demir (Fe) (mg/kg)
Ortalama	15,143
σ_{pt}	1,609
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,483
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,611
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,803
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,225
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 2 (Devam). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Bakır (Cu)

ISO 13528'e göre	Bakır (Cu) (mg/kg)
Ortalama	4,927
σ_{pt}	0,620
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,186
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,212
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,191
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,163
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 2 (Devam). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme Çinko (Zn)

ISO 13528'e göre	Çinko (Zn) (mg/kg)
Ortalama	1,627
σ_{pt}	0,242
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,073
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,148
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,258
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Demir (Fe)

	Demir (Fe) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	
Homojenlik testi t=1			15,143	---	1,609	0,483	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	15,020 15,937	15,976 15,273	15,552	0,409	1,609	0,483	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	14,956 16,981	14,829 15,593	15,590	0,447	1,609	0,483	GEÇER

Tablo 3 (Devam). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Bakır (Cu)

	Bakır (Cu) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	
Homojenlik testi t=1			4,927	---	0,620	0,186	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	4,724 4,925	4,733 4,998	4,845	0,082	0,620	0,186	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	4,922 4,837	4,709 4,879	4,837	0,090	0,620	0,186	GEÇER

Tablo 3 (Devam). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Çinko (Zn)

	Çinko (Zn) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	
Homojenlik testi t=1			1,627	---	0,242	0,073	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	1,330 1,877	1,494 1,586	1,572	0,055	0,242	0,073	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	1,517 1,867	1,325 1,556	1,566	0,061	0,242	0,073	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan YT materyali (üzüm pekmezi) plastik kaplara konularak 37 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte üst yazı ve katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu 'KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU' katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan üzüm pekmezinde bulunan Demir (Fe), Bakır (Cu), Çinko (Zn) düzeylerini tespit etmeleri, sonuçları mg/kg olarak Analiz Sonuç Bildirim Formuna kaydetmeleri istendi. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 37 laboratuvardan Fe için 32, Cu için 36 katılımcı, Zn için ise 33 katılımcı sonuç bildirmiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerın standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değeri belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Belirlenen bu atanmış değeri (x_{pt}) ve hesaplanan yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak, katılımcı laboratuvarların gönderdikleri sonuçlar üzerinden katılımcılara ait z-skor ve z'-skorları hesaplandı.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir analit için atanmış değeri (x_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15 Proposal 2' ye göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplandı [3].

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

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

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

s^* : sağlam (robust) standart sapma

p : katılımcı sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması σ_{pt} aşağıda belirtilen formülle hesaplanmıştır:

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için σ_{pt} , Thompson tarafından uyarlanmış Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır [4].

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

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

Demir (Fe), Bakır (Cu) 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 raporlanan ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

Çinko (Zn) elementi için katılımcı sonuçları ile belirlenen atanmış değere ait belirsizlik ihmal edilemeyecek boyutta olduğundan ($u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlanamadığı için) aşağıda formülü verilmiş z'- skor değerleri kullanılarak performans değerlendirme yapılmıştır.

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

x_i : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

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

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

$ z \leq 2, z' \leq 2$	Uygun
$2 < z < 3, 2 < z' < 3$	Sorgulanabilir
$ z \geq 3, z' \geq 3$	Uygun Değil

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z ve Z'-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'de, $|z|$ ve $|z'| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN006' ile beyan ettikleri sonuçlar, z- ve z' skorları ile birlikte Tablo 7' de özetlenmektedir ve Şekil 1,2,3'de histogram ile gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 8'de verilmektedir.

Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

	Demir (Fe)	Bakır (Cu)	Çinko (Zn)
Sonuç sayısı	32	36	33
Sonuç aralığı (mg/kg)	12,320-20,820	3,480-5,820	1,132-11,050
Sonuçların ortancası (mg/kg)	17,175	4,735	1,830
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	16,650	4,764	2,231
Atanmış değer(mg/kg)	16,655	4,781	1,965
Sağlam Standart sapma (mg/kg)	1,756	0,414	0,491
Yeterlilik standart sapması (mg/kg)	1,745	0,604	0,284
$ z $ ve $ z' \leq 2$ sonuç sayısı	30	35	25
$2 < z, z' < 3$ sonuç sayısı	2	1	5
$ z \geq 3$ ve $ z' \geq 3$ sonuç sayısı	0	0	3

Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

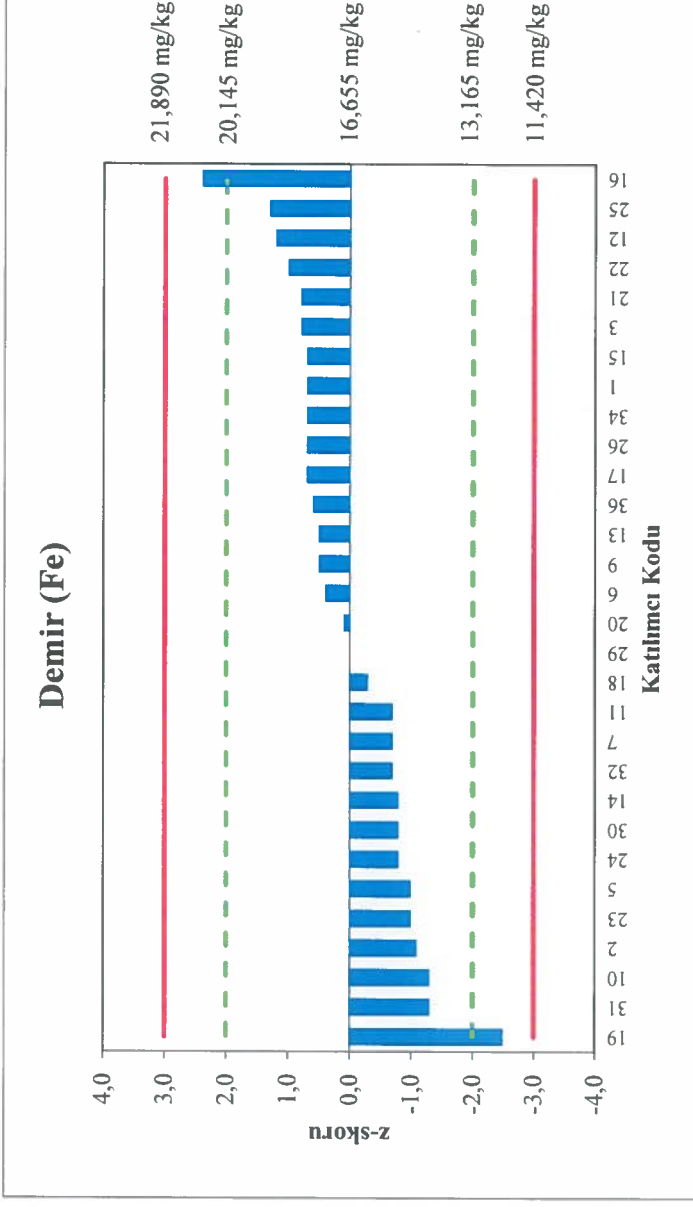
Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Belirsizlik ($u(x_{pt})$) (mg/kg)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) (mg/kg)
Demir (Fe)	32	16,655	0,388	1,745
Bakır (Cu)	36	4,781	0,086	0,604
Çinko (Zn)	33	1,965	0,107	0,284

Tablo 6. $|z| \leq 2$ ve $|z'| \leq 2$ Aralığında Yer Alan z ve z'-skoru Sayısı ve Yüzdesi

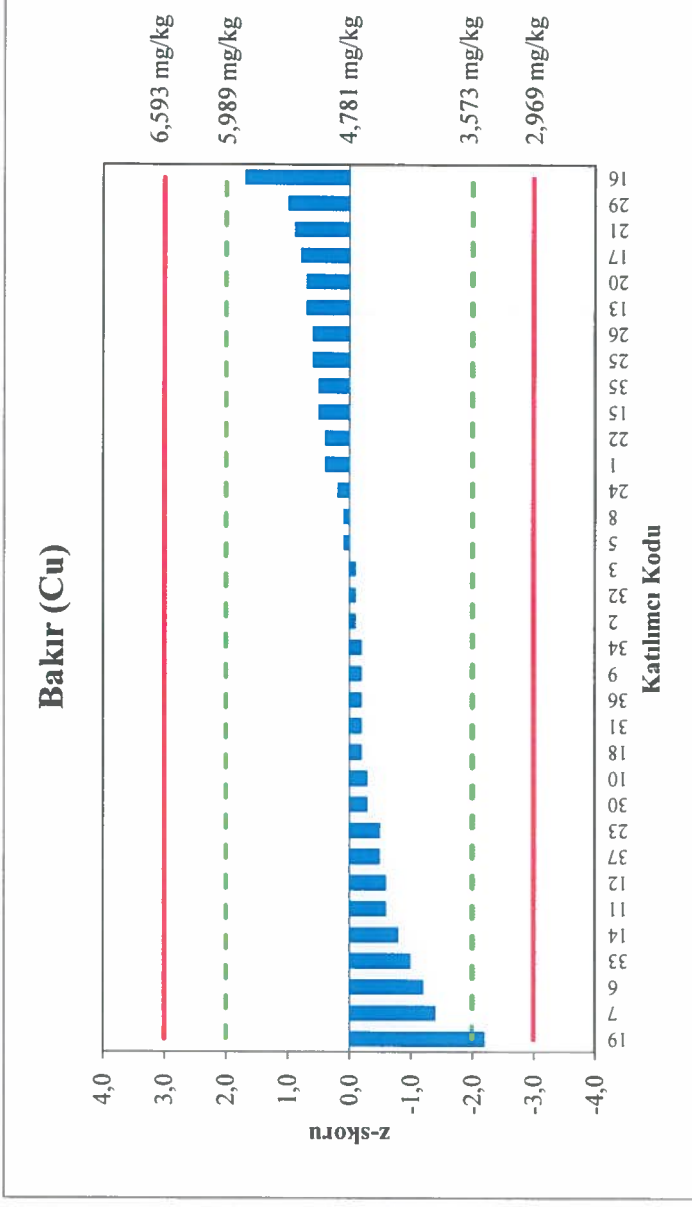
Analit	$ z \leq 2$ $ z' \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ $ z' \leq 2$ yüzdesi (%)
Demir (Fe)	30	32	% 94
Bakır (Cu)	35	36	% 97
Çinko (Zn)	25	33	% 76

Tablo 7. Katılımcı Sonuçları ve z-skor ve z'-skorları ($|z| > 2$ ve $|z'| > 2$ aralığında yer alan z-skor ve z'-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.)

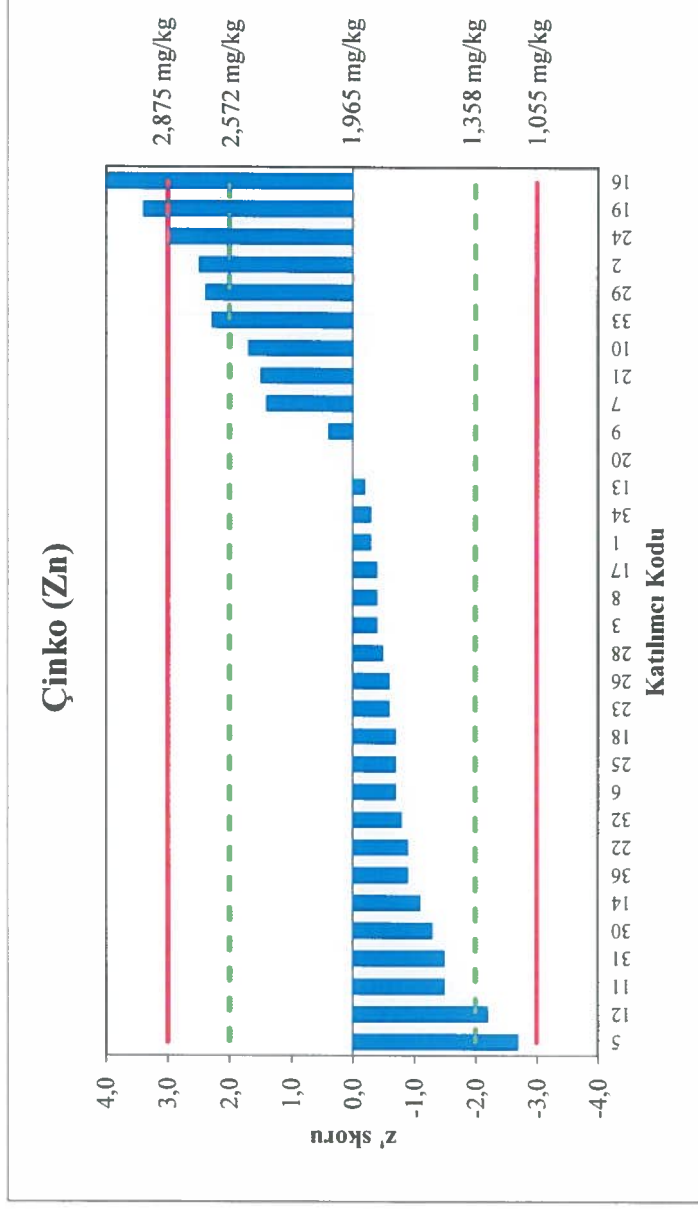
Lab Kodu	Demir (Fe)		Bakır (Cu)		Çinko (Zn)	
	Atanmış Değer	16,655 (mg/kg)	Atanmış Değer	4,781(mg/kg)	Atanmış Değer	1,965(mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z' skoru
1	17,82	0,7	5,01	0,4	1,87	-0,3
2	14,74	-1,1	4,72	-0,1	2,72	2,5
3	18,01	0,8	4,75	-0,1	1,83	-0,4
4	15,11	-0,9	4,74	-0,1	1,65	-1,0
5	14,97	-1,0	4,822	0,1	1,132	-2,7
6	17,44	0,4	4,05	-1,2	1,75	-0,7
7	15,42	-0,7	3,96	-1,4	2,39	1,4
8	Sonuç bildirdi		4,85	0,1	1,85	-0,4
9	17,59	0,5	4,67	-0,2	2,1	0,4
10	14,44	-1,3	4,6	-0,3	2,47	1,7
11	15,47	-0,7	4,39	-0,6	1,52	-1,5
12	18,8	1,2	4,4	-0,6	1,3	-2,2
13	17,6	0,5	5,21	0,7	1,9	-0,2
14	15,33	-0,8	4,31	-0,8	1,64	-1,1
15	17,881	0,7	5,064	0,5	<LOQ	
16	20,82	2,4	5,82	1,7	11,05	29,9
17	17,8	0,7	5,24	0,8	1,85	-0,4
18	16,09	-0,3	4,64	-0,2	1,76	-0,7
19	12,32	-2,5	3,48	-2,2	2,99	3,4
20	16,91	0,1	5,22	0,7	1,96	0,0
21	18,03	0,8	5,32	0,9	2,43	1,5
22	18,42	1,0	5,05	0,4	1,7	-0,9
23	14,919	-1,0	4,501	-0,5	1,77	-0,6
24	15,18	-0,8	4,88	0,2	2,89	3,0
25	19	1,3	5,12	0,6	1,75	-0,7
26	17,8	0,7	5,15	0,6	1,78	-0,6
27	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
28	17,77	0,6	5,14	0,6	1,81	-0,5
29	16,570	0,0	5,387	1,0	2,688	2,4
30	15,2682	-0,8	4,5978	-0,3	1,5738	-1,3
31	14,42	-1,3	4,64	-0,2	1,52	-1,5
32	15,39	-0,7	4,73	-0,1	1,73	-0,8
33	Sonuç bildirdi		4,15	-1,0	2,67	2,3
34	17,8	0,7	4,69	-0,2	1,88	-0,3
35	Sonuç bildirdi		5,103	0,5	Sonuç bildirdi	
36	17,66	0,6	4,65	-0,2	1,69	-0,9
37	Sonuç bildirdi		4,468	-0,5	Sonuç bildirdi	



Şekil 1. Demir (Fe) z-skorları Histogramı



Şekil 2. Bakır (Cu) z-skorları Histogramı



Şekil 3. Çinko (Zn) z'-skorları Histogramı

Tablo 8. Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
14	Fe sayfası : Örnek hazırlamada hidrojen peroksit de kullanılmıştır. Cu sayfası : Örnek hazırlamada hidrojen peroksit de kullanılmıştır.
18	Fe sayfası : Katılımcı kodu :18 Cu sayfası : Katılımcı kodu :18 Zn sayfası : Katılımcı kodu :18

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN006' ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9'da sunulmaktadır.

Tablo 9. Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite Metot (Fe)

Evet	1	3	4	6	7	10	11	13	14	16	17	18	19	20	21	22	23
	29	30	31	32	34	36											
Hayır	2	5	9	12	15	25	26	28									

Akredite Metot (Cu)

Evet	1	3	4	6	7	8	10	11	13	14	16	18	19	20	21	22	23
	26	29	30	31	32	33	34	35	36								
Hayır	2	5	9	12	15	25	28	37									
Belirtilmemiş	17																

Akredite Metot (Zn)

Evet	1	3	4	6	7	10	11	13	14	15	16	18	19	20	21	22	23
	26	29	30	32	33	34	36										
Hayır	2	5	9	12	24	25	28										
Belirtilmemiş	8	17	31														

Metot Kaynağı (Fe)

İşletme İçi Metot (in house)	14																
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	15	17	18	19	20
	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	34	36					
Ulusal Metot	16																

Metot Kaynağı (Cu)

İşletme İçi Metot (in house)	14	33																	
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	15	18	19	20		
	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	34	35	36	37					
Ulusal Metot	16																		
Belirtilmemiş	17																		

Metot Kaynağı (Zn)

İşletme İçi Metot (in house)	14	33																	
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	15	18	19	20		
	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	34	36							
Ulusal Metot	16																		
Belirtilmemiş	17	24																	

Metot Adı (Fe)

AOAC 999.10	13																		
NMKL 161	4	5	7	20	21	28	31												
NMKL 186	1	3	6	9	10	11	12	14	15	22	23	25	26	30	32	34	36		
EN 15763	18																		
J.AOAC Int. 2000-83:1218-24	19																		
TS 3606	16																		
Belirtilmemiş	2	17	29																

Metot Adı (Cu)

AOAC 999.10	13	35	37																
NMKL 161	2	4	5	7	8	20	21	28											
NMKL 186	1	3	6	9	10	11	12	14	15	22	23	25	26	30	32	34	36		
EN 15763	18																		
J.AOAC Int. 2000-83:1218-24	19																		
TS 3606	16																		
Belirtilmemiş	17	29	31	33															

Metot Adı (Zn)

AOAC 999.10	13
NMKL 161	2 4 5 7 8 20 21 28
NMKL 186	1 3 6 9 10 11 12 14 15 22 23 25 26 30 32 34 36
EN 15763	18
J.AOAC Int. 2000-83:1218-24	19
TS 3606	16
Belirtilmemiş	17 29 31
Diğer	24 33

Numune Miktarı (Fe)

<1	1 3 4 5 6 7 9 10 11 12 14 15 16 18 19 20 21
	22 26 28 29 30 31 32 34 36
1≤x<2	2 13
2≤x<5	23
Belirtilmemiş	17
Diğer	25

Numune Miktarı (Cu)

<1	1 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 14 15 16 18 19 20
	21 22 26 28 29 30 31 32 34 36 37
1≤x<2	2 13 35
2≤x<5	23
Belirtilmemiş	17
Diğer	25

Numune Miktarı (Zn)

<1	1 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 14 15 16 18 19 20
	21 22 24 26 28 29 30 31 32 34 36
1≤x<2	2 13 33
2≤x<5	23

Belirtilmemiş	17
Diğer	25

Numune Hazırlama (Fe)

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	34	36				
Belirtilmemiş	17																

Numune Hazırlama (Cu)

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	33	34	35	36		
Kuru Külleme	37																
Belirtilmemiş	8	17															

Numune Hazırlama (Zn)

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	24	25	26	28	29	30	31	32	33	34	36		
Belirtilmemiş	8	17															

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (Fe)

HNO ₃	2	3	6	7	14	18	19	25	28	29	31	32	36	
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	4	5	10	11	12	13	16	20	21	22	23	26	34
HNO ₃ + HCl	15													
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	9	30												
Belirtilmemiş	17													

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (Cu)

HNO ₃	2	3	6	7	8	14	18	19	25	28	29	31	32	36	37	
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	4	5	10	11	12	13	16	20	21	22	23	26	33	34	35
HNO ₃ + HCl	15															
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	9	30														

Belirtilmemiş	17
---------------	----

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (Zn)

HNO ₃	2	3	6	7	8	14	18	19	24	25	28	29	31	32	
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	4	5	10	11	12	13	16	20	21	22	23	26	33	34
HNO ₃ + HCl	15														
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	9	30													
Belirtilmemiş	17														

Matriks Düzenleyici (Modifier) (Fe)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	25	28	29	30	31	32	34	36					
Belirtilmemiş	17	26															

Matriks Düzenleyici (Modifier) (Cu)

Pd	35																
Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	25	28	29	30	31	32	33	34	35	36			
Belirtilmemiş	8	17	26														

Matriks Düzenleyici (Modifier) (Zn)

Kullanılmamış	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	18	19
	20	21	22	23	24	25	28	29	30	31	32	33	34	36			
Belirtilmemiş	8	17	26														

Kullanılan Cihaz (Fe)

Alev-AAS	2	16	20	21													
ICP-OES	4	5	7	13	18	26	28	31									
ICP-MS	1	3	6	9	10	11	12	14	15	19	22	23	25	29	30	32	34
	36																
Belirtilmemiş	17																

Kullanılan Cihaz (Cu)

Alev-AAS	2	8	16	20	21	33	35										
Grafit- AAS	37																
ICP-OES	4	5	7	13	19	28	31										
ICP-MS	1	3	6	9	10	11	12	14	15	18	22	23	25	26	29	30	32
	34	36															
Belirtilmemiş	17																

Kullanılan Cihaz (Zn)

Alev-AAS	2	8	16	20	21	33											
ICP-OES	4	5	7	13	19	24	28	31									
ICP-MS	1	3	6	9	10	11	12	14	15	18	22	23	25	26	29	30	32
	34	36															
Belirtilmemiş	17																

Dalga Boyu (nm) (Fe)

238,2	4	7	18														
238,204	5	13	26	31													
248	2																
248,3	16	20	21														
259,94	28																
Belirtilmemiş	17																

Dalga Boyu (nm) (Cu)

324,7	4	28	31	35													
324,8	2	16	20	21	37												
327,4	5	7	13	19	33												
Belirtilmemiş	8	17															

Dalga Boyu (nm) (Zn)

206,2	5	7	13	19	24	28							
213,9	2	4	16	20	21	31	33						
Belirtilmemiş	8	17											

Kütle (amu) (Fe)

56	1	3	6	9	10	19	23	30	32	34	36		
57	12	14	25										
Belirtilmemiş	11	15	17	22	29								

Kütle (amu) (Cu)

63	1	3	6	9	12	14	18	23	25	26	30	32	34	36
65	10													
Belirtilmemiş	11	15	17	22	29									

Kütle (amu) (Zn)

66	3	6	9	10	12	14	18	23	25	26	30	32	34	36
Belirtilmemiş	11	15	17	22	29									
Diğer	1													

Metot LOQ (mg/kg) (Fe)

$\geq 0,001 < 0,01$	5	19	29											
$\geq 0,01 < 0,1$	2	3	11	12	23									
$\geq 0,1 < 1,0$	1	4	7	10	13	14	18	21	28	30	31	32	36	
$\geq 1 < 10$	6	15	16	25	26	34								
Belirtilmemiş	17	20	22											
Diğer	9													

Metot LOQ (mg/kg) (Cu)

$\geq 0,001 < 0,01$	2	5	12	29	34	37								
$\geq 0,01 < 0,1$	1	3	6	10	11	13	14	23	25	26	31			
$\geq 0,1 < 1,0$	4	7	18	19	21	28	30	32	33	36				

≥1-<10	8	15	16	35
Belirtilmemiş	17	20	22	
Diğer	9			

Metot LOQ (mg/kg) (Zn)

≥0,001-<0,01	2	29													
≥0,01-<0,1	3	5	11	12	21	23	31								
≥0,1-<1,0	1	4	7	10	13	14	18	19	24	25	26	28	32	33	36
≥1-<10	6	8	15	16	30	34									
Belirtilmemiş	17	20	22												
Diğer	9														

7. GÖZLEMLER

Gıdalarda Demir (Fe), Bakır (Cd), Çinko (Zn) analizi ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarların katılımıyla gerçekleşen toplam 37 katılımcıdan oluşan MİN006 çevrim kodlu Üzüm pekmezi Demir (Fe), Bakır (Cu), Çinko (Zn) yeterlilik test çevrimi sonuçları incelendiğinde Fe (Demir) ve Bakır (Cu) elementleri için katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı sonuç elde ettiği (Fe % 94, Cu % 97,) Zn elementi için ise başarı oranının diğer elementlere düşük olduğu (Zn % 76) görülmüştür.

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 Analytical Methods Committee, Robust statistics-how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.
- 4 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.