



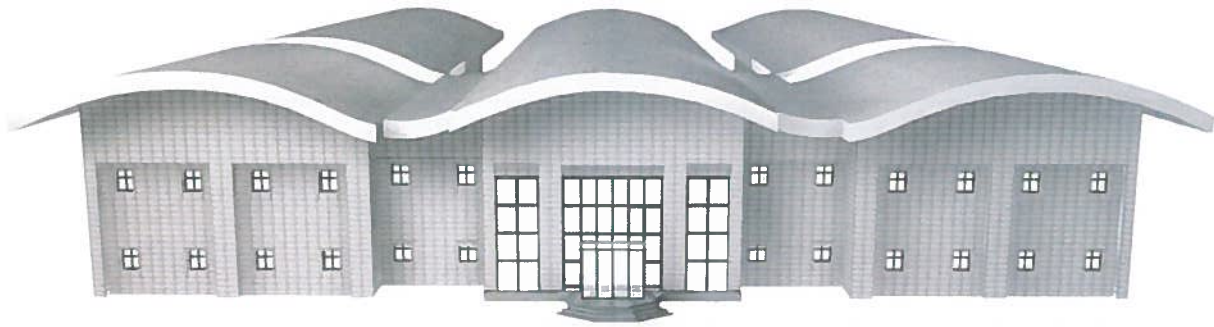
T.C.  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



AB-0015-YT

UGRL YT  
Raporu MİN007

Yayın Tarihi  
11.19



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Pirinç Unu Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), Arsenik (As)**  
**UGRL YT Raporu- MİN007**  
**EKİM-KASIM 2019**

**GENEL BİLGİLER****YT Çevrim Kodu ve Adı:** MİN007 Pirinç Unu Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), Arsenik (As)**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 08/10/2019**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 08/11/2019**Rapor Yayın Tarihi:** 25/11/2019**Raporu Hazırlayan(lar):**

Dr. Kazım SEZER  
Mineral Madde Bölümü



Dr. Gizem İşıl BEKTAŞ  
Mineral Madde Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

Dr. Gizem İşıl BEKTAŞ  
Mineral Madde Bölümü

**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: ugrl@tarimorman.gov.tr

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

**İÇİNDEKİLER**

<b>ÖZET</b> .....	4
<b>1. GİRİŞ</b> .....	5
<b>2. GİZLİLİK</b> .....	5
<b>3. TEST MATERYALİ</b> .....	6
3.1.HAZIRLAMA.....	6
3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3.DAĞITIM.....	9
<b>4. SONUÇLAR</b> .....	9
<b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ</b> .....	9
5.1.ATANMIŞ DEĞER.....	9
5.2.YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	10
5.3.PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	10
5.4.KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	11
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	18
<b>7. GÖZLEMLER</b> .....	26
<b>8. REFERANSLAR</b> .....	26

**TABLolar**

Tablo 1. Pirinç unu Pb ,Cd, As Yeterlilik Testi.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	7
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	8
Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	11
Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	11
Tablo 6. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi .....	11
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları.....	12
Tablo 8. Katılımcı yorumları.....	17
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	18

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorumları Histogramı.....	14
Şekil 2. Kadmium (Cd) z-skorumları Histogramı.....	15
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorumları Histogramı.....	16

**ÖZET**

- Pirinç unu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 [1] esas alınmıştır.
- Çevrim için başvuruda bulunan 56 katılımcıya, 08/10/2019 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu 'Katılımcı Bilgilendirme Formu' ile birlikte 25 g test materyali (pirinç unu) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) elementleri için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan MİN007 kodlu çevrime özgü 'MİN007-Analiz Sonuç Bildirim Formu' ile toplanmıştır. 56 katılımcı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına [2] uygun olarak, test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) elementleri için atanmış değer ( $x_{pt}$ ), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Her bir katılımcı için z-skoru, atanmış değer ( $x_{pt}$ ) ve yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer  $|z| \leq 2$  ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- MİN007 kodlu Pirinç unu Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), As (Arsenik) analizi yeterlilik testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.
- Pirinç unu Pb, Cd, As Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti Tablo 1'de verilmektedir.

**Tablo 1.** Pirinç unu Pb, Cd, As Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer ( $x_{pt}$ ) (mg/kg)	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
Kurşun (Pb)	0,236	53	54	98
Kadmiyum(Cd)	0,187	56	56	100
Arsenik (As)	0,108	42	45	93

## 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 temin edilen pirinç kullanıldı. Arsenik (As) miktarı için standart çözelti ile zenginleştirilme yapılmayıp doğal halinde bırakıldı. Kurşun (Pb) ve Kadmiyum (Cd) miktarı için ise standart çözeltiyle zenginleştirme yapıldı. Daha sonra pirinç değirmende öğütülüp 500 µm elekten geçirilerek homojen hale getirildi. Pirinç unu örneği yeterlilik test materyali kaplarına en az 25 g olacak şekilde aktararak 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 12 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 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. 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 Kurşun (Pb)

ISO 13528'e göre	Kurşun (Pb) (mg/kg)
Ortalama	0,262
$\sigma_{pt}$	0,051
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,015
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,015
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,014
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,012
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

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

ISO 13528'e göre	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)
Ortalama	0,201
$\sigma_{pt}$	0,041
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,012
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,010
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,012
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,005
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

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

ISO 13528'e göre	Arsenik (As) (mg/kg)
Ortalama	0,120
$\sigma_{pt}$	0,026
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,008
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,005
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,008
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,000
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

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

	Kurşun (Pb) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	
Homojenlik testi t=1			0,262	---	0,051	0,015	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,280 0,293	0,261 0,264	0,275	0,013	0,051	0,015	<b>GEÇER</b>
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,252 0,242	0,270 0,244	0,252	0,010	0,051	0,015	<b>GEÇER</b>

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

	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	
Homojenlik testi t=1			0,201	---	0,041	0,012	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,203 0,215	0,191 0,199	0,202	0,001	0,041	0,012	<b>GEÇER</b>
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,209 0,208	0,210 0,217	0,211	0,010	0,041	0,012	<b>GEÇER</b>

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

	Arsenik (As) (mg/kg)						$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	
Homojenlik testi t=1			0,120	---	0,026	0,008	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,113 0,123	0,108 0,115	0,115	0,005	0,026	0,008	<b>GEÇER</b>
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,109 0,119	0,111 0,115	0,114	0,006	0,026	0,008	<b>GEÇER</b>



### 3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan YT materyali (pirinç unu) ağız kilitli alüminyum kaplara konularak 56 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu 'KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU' katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan pirinç ununda bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) düzeylerini tespit etmeleri, sonuçları mg/kg olarak 'ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA' kaydetmeleri istendi. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 56 laboratuvardan kurşun (Pb) için 54, kadmiyum (Cd) için 56 katılımcı, arsenik (As) için ise 45 katılımcı sonuç bildirmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerın 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 değeri ( $x_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanıldı. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15 Proposal 2' ye göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı [3].

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

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

$u(x_{pt})$  : atanmış değeriın 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  $\sigma_{pt}$  aşağıdaki eşitlik ile,

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

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için ise  $\sigma_{pt}$  aşağıdaki eşitlik ile 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

Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) 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

$\sigma_{pt}$ : yeterlilik standart sapması

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

$|z| \leq 2,0$  Uygun

$|z| > 2,0$  Uygun Değil

#### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z -SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'de,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN007' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları 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

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)
Sonuç sayısı	54	56	45
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,182-0,470	0,139-0,266	0,080-0,356
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,235	0,187	0,109
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,241	0,187	0,117
Atanmış değer(mg/kg)	<b>0,236</b>	<b>0,187</b>	<b>0,108</b>
Sağlam Standart sapma (mg/kg)	0,017	0,020	0,011
Yeterlilik standart sapması (mg/kg)	0,047	0,039	0,024
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	53	56	42
$ z  > 2$ sonuç sayısı	1	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 ( $\sigma_{pt}$ ) (mg/kg)
Kurşun (Pb)	54	0,236	0,003	0,047
Kadmiyum (Cd)	56	0,187	0,003	0,039
Arsenik (As)	45	0,108	0,002	0,024

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

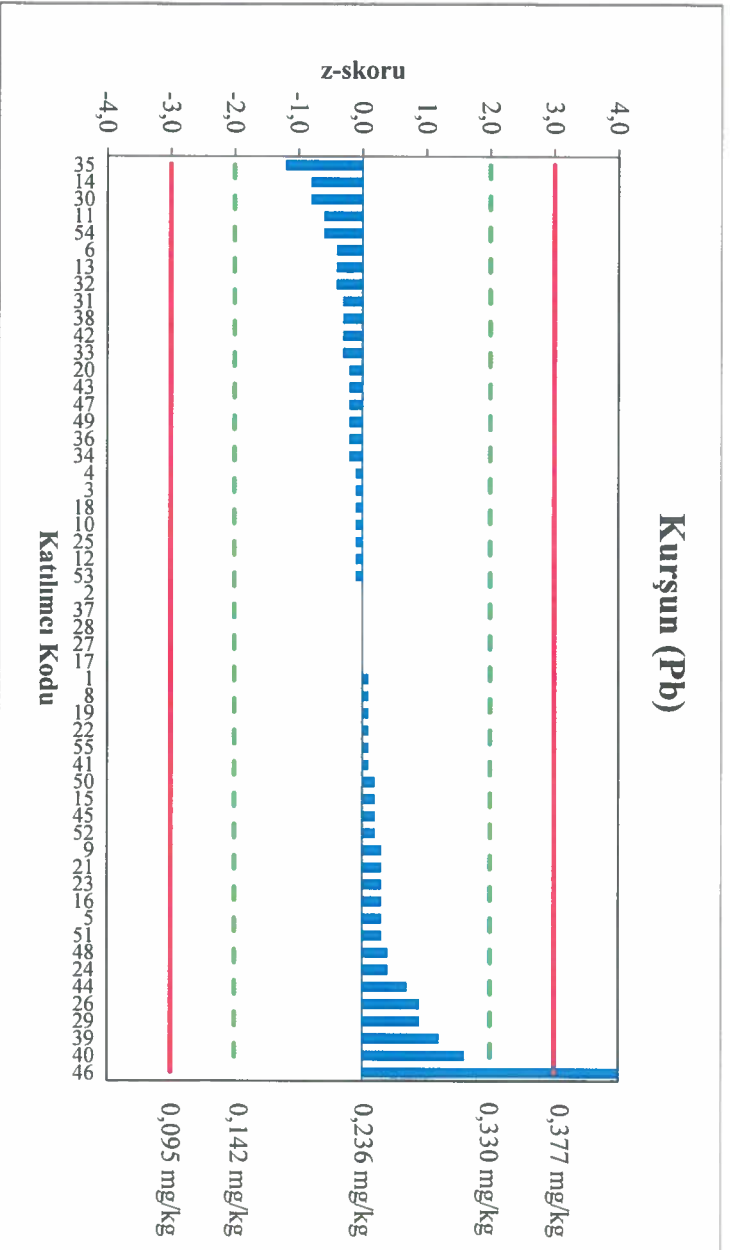
Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ yüzdesi (%)
Kurşun (Pb)	53	54	% 98
Kadmiyum (Cd)	56	56	% 100
Arsenik (As)	42	45	% 93

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

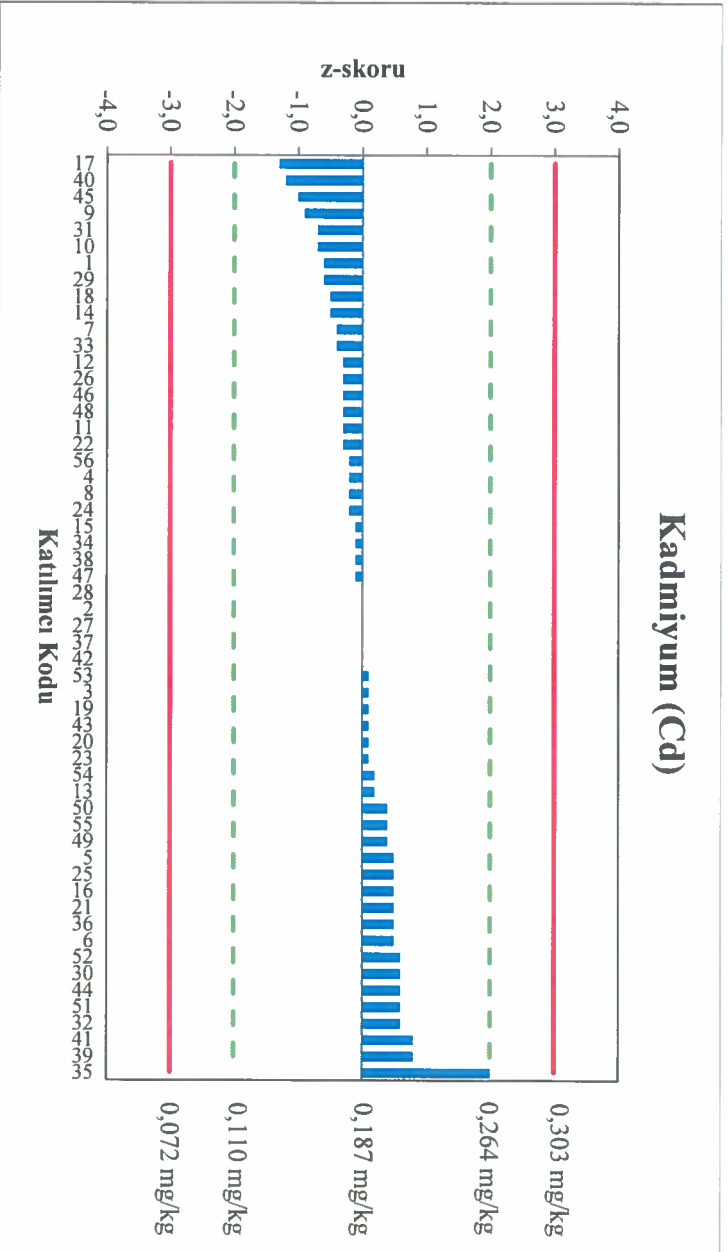
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)	
	Atanmış Değer	0,236 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,187(mg/kg)	Atanmış Değer	0,108(mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	0,239	0,1	0,163	-0,6	0,098	-0,4
2	0,234	0,0	0,187	0,0	0,104	-0,2
3	0,231	-0,1	0,191	0,1	0,115	0,3
4	0,23	-0,1	0,18	-0,2	Sonuç bildirdi	
5	0,251	0,3	0,205	0,5	0,112	0,2
6	0,216	-0,4	0,208	0,5	0,102	-0,3
7	Sonuç bildirdi		0,17	-0,4	Sonuç bildirdi	
8	0,24	0,1	0,18	-0,2	0,11	0,1
9	0,248	0,3	0,152	-0,9	0,103	-0,2
10	0,232	-0,1	0,162	-0,7	0,099	-0,4
11	0,206	-0,6	0,176	-0,3	0,106	-0,1
12	0,233	-0,1	0,175	-0,3	0,099	-0,4
13	0,217	-0,4	0,196	0,2	0,118	0,4
14	0,199	-0,8	0,168	-0,5	0,102	-0,3
15	0,244	0,2	0,182	-0,1	0,086	-0,9
16	0,25	0,3	0,206	0,5	0,111	0,1
17	0,238	0,0	0,139	-1,3	0,09	-0,8
18	0,231	-0,1	0,167	-0,5	0,105	-0,1
19	0,241	0,1	0,191	0,1	Sonuç bildirdi	
20	0,225	-0,2	0,193	0,1	0,122	0,6
21	0,248	0,3	0,207	0,5	0,123	0,6
22	0,241	0,1	0,177	-0,3	Sonuç bildirdi	
23	0,249	0,3	0,193	0,1	Sonuç bildirdi	
24	0,257	0,4	0,18	-0,2	0,107	0,0
25	0,232	-0,1	0,205	0,5	0,124	0,7
26	0,279	0,9	0,175	-0,3	0,11	0,1
27	0,237	0,0	0,188	0,0	0,112	0,2
28	0,236	0,0	0,186	0,0	0,109	0,0
29	0,280	0,9	0,164	-0,6	0,088	-0,8
30	0,2	-0,8	0,21	0,6	0,08	-1,2
31	0,22	-0,3	0,16	-0,7	0,08	-1,2
32	0,218	-0,4	0,211	0,6	0,098	-0,4
33	0,224	-0,3	0,173	-0,4	0,1	-0,3
34	0,229	-0,2	0,182	-0,1	0,104	-0,2
35	0,182	-1,2	0,266	2,0	Sonuç bildirdi	
36	0,228	-0,2	0,207	0,5	0,114	0,3
37	0,234	0,0	0,188	0,0	0,108	0,0

Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)	
	Atanmış Değer	0,236 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,187(mg/kg)	Atanmış Değer	0,108(mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
38	0,22	-0,3	0,183	-0,1	Sonuç bildirdi	
39	0,291	1,2	0,22	0,8	0,125	0,7
40	0,309	1,6	0,141	-1,2	0,296	7,9
41	0,243	0,1	0,218	0,8	0,356	10,4
42	0,22	-0,3	0,188	0,0	0,112	0,2
43	0,227	-0,2	0,192	0,1	Sonuç bildirdi	
44	0,27	0,7	0,21	0,6	0,11	0,1
45	0,245	0,2	0,15	-1,0	0,095	-0,5
46	0,47	5,0	0,175	-0,3	0,161	2,2
47	0,227	-0,2	0,185	-0,1	0,106	-0,1
48	0,253	0,4	0,175	-0,3	0,107	0,0
49	0,227	-0,2	0,204	0,4	Sonuç bildirdi	
50	0,2439	0,2	0,2022	0,4	Sonuç bildirdi	
51	0,251	0,3	0,21	0,6	0,11	0,1
52	0,245	0,2	0,209	0,6	0,116	0,3
53	0,233	-0,1	0,19	0,1	0,109	0,0
54	0,207	-0,6	0,195	0,2	0,112	0,2
55	0,242	0,1	0,203	0,4	0,114	0,3
56	Sonuç bildirdi		0,178	-0,2	Sonuç bildirdi	

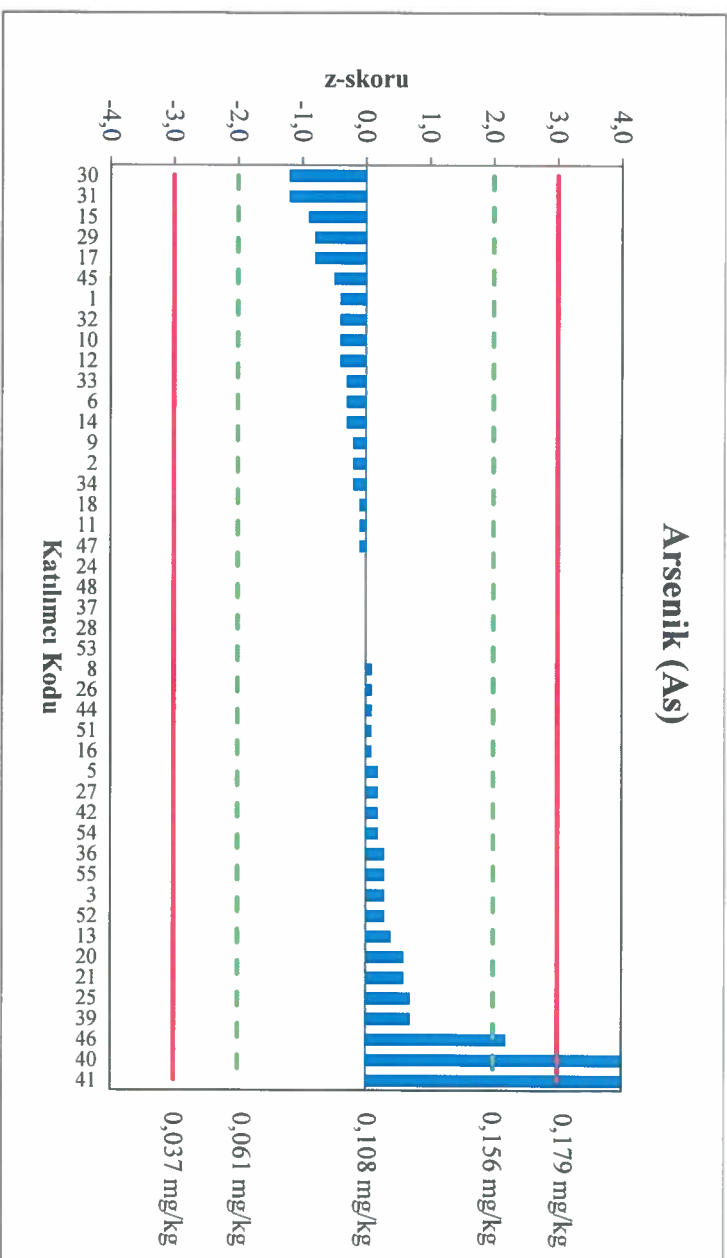




Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları Histogramı



Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları Histogramı



Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları Histogramı

**Tablo 8.** Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
34	Arsenik sonucu geri kazanım ile düzeltilmiştir.
51	Arsenik için dalgaboyu 197,2 nm olacaktır.
53	Katılımcı kodu :53

\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

**6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN007’ 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 (Pb)**

Evet	1	2	3	4	5	6	8	9	10	12	13	14	15	17	18	19	20
	21	23	24	25	26	27	29	30	32	33	34	35	36	37	38	39	40
	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55		
Hayır	11	16	22	28	31												

**Akredite Metot (Cd)**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	13	14	15	17	18	19
	20	21	23	24	25	26	27	29	30	32	33	34	35	36	37	38	39
	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56
Hayır	11	16	22	28	31												

**Akredite Metot (As)**

Evet	1	2	3	5	6	8	9	10	12	13	14	15	17	18	20	21	24
	25	26	27	29	30	32	33	34	36	37	39	40	41	44	45	46	47
	48	51	52	53	54	55											
Hayır	11	16	28	31	42												

**Metot Kaynağı (Pb)**

İşletme İçi Metot (in house)	18	26	29	44	51												
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	19
	20	21	23	24	25	27	28	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39
	40	41	42	45	46	47	48	49	50	52	53	54	55				
Ulusal Metot	22	43															



**Metot Kaynağı (Cd)**

İşletme İçi Metot (in house)	18	26	29	44	51	56											
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
	19	20	21	22	23	24	25	27	28	30	31	32	33	34	35	36	37
	38	39	40	41	42	45	46	47	48	49	50	52	53	54	55		
Ulusal Metot	43																

**Metot Kaynağı (As)**

İşletme İçi Metot (in house)	18	26	29	44	45	51											
Uluslararası Standart Metot	1	2	3	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	20	21
	24	25	27	28	30	31	32	33	34	36	37	39	40	41	42	46	47
	48	52	53	54	55												

**Metot Adı (Pb)**

AOAC 999.10	35	39															
NMKL 161	4	8	19	20	25	28	30	32	36	38	41	42	45	48	49	50	51
NMKL 186	2	3	5	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	21	24	26	27
	31	33	34	37	40	47	52	54	55								
TS EN 15763	1	53															
TS EN 14084	43																
TS 3606	22																
NMKL 161, NMKL 170, TS 3606	46																
Diğer	18	44															
Belirtilmemiş	23	29															

**Metot Adı (Cd)**

AOAC 999.10	35	39															
NMKL 161	4	8	19	20	25	28	30	32	36	38	41	42	45	48	49	50	51
NMKL 186	2	3	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17	21	24	26
	27	31	33	34	37	40	47	52	54	55							
TS EN 15763	1	53															

TS EN 14084	43
TS 3606	22
NMKL 161, NMKL 170, TS 3606	46
Diğer	18 44 56
Belirtilmemiş	23 29

**Metot Adı (As)**

NMKL 161	20 25 30 51
NMKL 166	8 28 32 41 42 48
NMKL 186	2 3 5 6 9 10 11 12 13 14 15 16 17 21 24 26 27
	31 33 34 37 40 47 52 54 55
TS EN 15763	1 53
TS EN 14627	36 39
NMKL 161, NMKL 170, TS 3606	46
Diğer	18 44 45
Belirtilmemiş	29 31

**Numune Miktarı (g) (Pb)**

<1	1 2 3 4 5 6 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18
	19 20 21 22 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36
	37 39 40 41 42 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55
1≤x<2	43
2≤x<5	38
Belirtilmemiş	23

**Numune Miktarı (g) (Cd)**

<1	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17
	18 19 20 21 22 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35
	36 37 39 40 41 42 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54
	55 56
1≤x<2	43

$2 \leq x < 5$	38
Belirtilmemiş	23

**Numune Miktarı (g) (As)**

<1	1	2	3	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	20
	21	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	36	37	39	40	41
	42	44	45	46	47	48	51	52	53	54	55						

**Numune Hazırlama (Pb)**

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53
	54	55															
Kuru Külleme	23																

**Numune Hazırlama (Cd)**

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
	18	19	20	21	22	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52
	53	54	55	56													
Kuru Külleme	23																

**Numune Hazırlama (As)**

Mikrodalga Yakma	1	2	3	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	20
	21	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	36	37	39	40	41
	42	44	45	46	47	48	51	52	53	54	55						

**Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (Pb)**

HNO <sub>3</sub>	1	4	8	15	19	23	24	27	29	37	40	41	42	43	44	46	48
	53	54															
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	2	3	5	6	13	16	20	22	25	26	28	30	31	32	34	35	36
	38	39	45	49	50	51	52	55									
HNO <sub>3</sub> + HCl	14	21															
HNO <sub>3</sub> + HCl+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	9	10	11	12	17	18	33	47									

**Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (Cd)**

HNO <sub>3</sub>	1	4	8	15	19	23	24	27	29	37	40	41	42	43	44	46	48
	53	54															
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	2	3	5	6	13	16	20	22	25	26	28	30	31	32	34	35	36
	38	39	45	49	50	51	52	55	56								
HNO <sub>3</sub> + HCl	7	14	21														
HNO <sub>3</sub> + HCl+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	9	10	11	12	17	18	33	47									

**Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler (As)**

HNO <sub>3</sub>	1	8	15	24	27	29	37	40	41	42	44	46	48	53	54		
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	2	3	5	6	13	16	20	25	26	28	30	31	32	34	36	39	45
	51	52	55														
HNO <sub>3</sub> + HCl	14	21															
HNO <sub>3</sub> + HCl+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	9	10	11	12	17	18	33	47									

**Matriks Düzenleyici (Modifier) (Pb)**

Pd	22	23	32	39	43												
NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	4	8	19	20	25	28	30	42	45	49	50						
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	35																
Diğer	38	51															
Kullanılmamış	1	2	3	5	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	21	24
	26	27	29	31	33	34	36	37	40	41	44	46	47	52	53	54	55

Belirtilmemiş	48
---------------	----

**Matriks Düzenleyici (Modifier) (Cd)**

Pd	22	23	30	32	39	42	43											
NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	4	19	25	45	49	50												
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	35																	
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> +Pd	48																	
Diğer	38	51																
Kullanılmamış	1	2	3	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
	20	24	26	27	28	29	31	33	34	36	37	40	41	44	46	47	52	
	53	54	55	56														

**Matriks Düzenleyici (Modifier) (As)**

Pd	8	20	28	30	32	42	51											
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> +Pd	25																	
Kullanılmamış	1	2	3	5	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	24	26	
	27	29	31	33	34	36	37	39	40	41	44	45	46	47	52	53	54	
	55																	
Belirtilmemiş	48																	

**Kullanılan Cihaz (Pb)**

Grafit-AAS	4	8	19	20	22	23	25	28	30	32	35	36	38	39	41	42	43	
	45	48	49	50	51													
ICP-OES	40	44	46															
ICP-MS	1	2	3	5	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	21	24	
	26	27	29	31	33	34	37	47	52	53	54	55						



**Kullanılan Cihaz (Cd)**

Alev-AAS	20
Grafit-AAS	4 8 19 22 23 25 28 30 32 35 36 38 39 42 43 45 48
	49 50 51
ICP-OES	40 41 44 46 56
ICP-MS	1 2 3 5 6 7 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 21
	24 26 27 29 31 33 34 37 47 52 53 54 55

**Kullanılan Cihaz (As)**

Alev-AAS	36 39 48
Grafit-AAS	8 20 25 28 30 32 42 51
ICP-OES	40 41 44 46
ICP-MS	1 2 3 5 6 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 21 24
	26 27 29 31 33 34 37 47 52 53 54 55
Diğer	45

**Dalga Boyu (nm) (Pb)**

220,3	40 44 46
283,3	4 8 20 22 25 28 30 35 36 38 39 42 43 45 48 49 50
	51
Belirtilmemiş	19 23 32 41

**Dalga Boyu (nm) (Cd)**

214,4	40
228,8	4 8 22 25 28 30 35 36 38 39 42 43 44 45 46 48 49
	50 51 56
326,1	20
Belirtilmemiş	19 23 32 41

**Dalga Boyu (nm) (As)**

193,695	25 30 44
193,7	20 36 39 42 45 48

Diğer	8	28	40	46	51
Belirtilmemiş	32	41			

**Kütle (amu) (Pb)**

206	26	33															
207	31																
208	2	5	6	9	10	12	13	14	15	16	17	24	27	37	47	52	53
	54	55															
206,207,208	1	11	34														
Belirtilmemiş	3	18	21	29													

**Kütle (amu) (Cd)**

110	31																
111	1	2	5	6	9	10	12	13	14	15	16	17	24	26	27	34	37
	47	52	53	54	55												
113	33																
Belirtilmemiş	3	7	11	18	21	29											

**Kütle (amu) (As)**

74,9	6	16	31														
75	1	2	5	9	10	11	12	13	14	15	17	24	26	27	33	34	37
	47	52	53	54	55												
Belirtilmemiş	3	18	21	29													

**Metot LOQ (mg/kg) (Pb)**

≥0,001-<0,01	1	3	10	11	12	14	16	20	21	23	27	28	33	34	37	38	41
	48	49	51	54													
≥0,01-<0,1	2	5	6	8	13	15	17	18	19	22	24	26	29	31	32	35	36
	39	42	43	46	47	50	52	53	55								
≥0,1-<1,0	40	44	45														
Diğer	4	9	30														
Belirtilmemiş	25																

**Metot LOQ (mg/kg) (Cd)**

≥0,001-<0,01	1	3	7	8	10	11	12	14	15	16	20	21	23	27	28	33	34
	37	38	42	47	48	49	52	54									
≥0,01-<0,1	2	5	6	13	17	18	19	22	24	26	29	31	32	35	36	39	40
	41	46	50	51	53	55	56										
≥0,1-<1,0	44	45															
Diğer	4	9	30														
Belirtilmemiş	25	43															

**Metot LOQ (mg/kg) (As)**

≥0,001-<0,01	1	3	10	11	12	14	15	16	21	27	28	33	34	48	52	54	
≥0,01-<0,1	5	6	13	17	20	24	31	36	37	39	41	42	46	47	51	53	55
≥0,1-<1,0	2	8	26	29	32	40	44	45									
Diğer	9	30															
Belirtilmemiş	18	25															

**7. GÖZLEMLER**

Gıdalarda Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) analiz yapma ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarların katılımıyla gerçekleşen toplam 56 katılımcıdan oluşan MİN007 çevrim kodlu Pirinç unu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) yeterlilik test çevrimi sonuçları incelendiğinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), elementleri için katılımcıların oldukça başarılı sonuç elde ettiği (Pb % 98, Cd % 100 ) As elementi için ise başarı oranının diğer elementlere düşük olduğu (As % 93) 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.