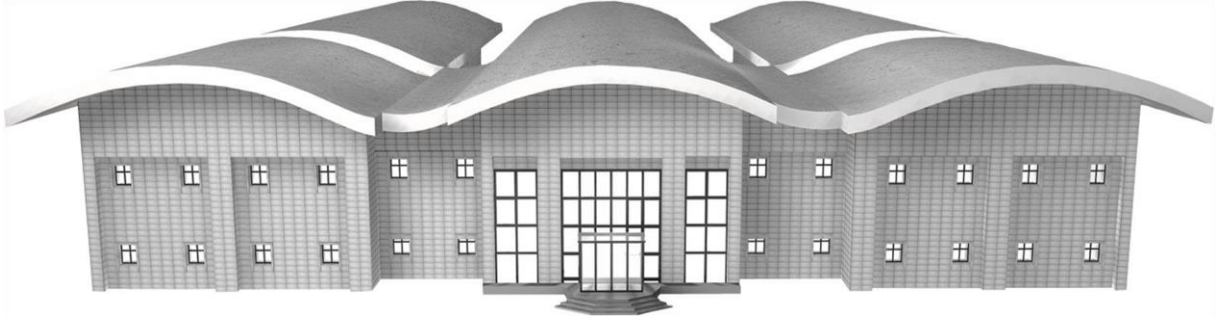




T.C.
GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĐI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

TS EN ISO/IEC 17043/4.8



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Sebze Püresinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As)
UGRL YT Raporu- MİN004
Ekim-Kasım-2017**

GENEL BİLGİLER

YT Çevrimi Adı:	Sebze püresinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As)
YT Çevrimi Kodu:	MİN004
Test Materyali Gönderme Tarihi:	25/10/2017
Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:	11/11/2017
Rapor Yayın Tarihi:	15/12/2017

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

Raporu Onaylayan:



Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

YT Düzenleyici:

Tel.: 0312 327 41 81

Faks: 0312 327 41 56

e-posta: ugrl@tarim.gov.tr

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

İÇİNDEKİLER

ÖZET	5
1. GİRİŞ	6
2. GİZLİLİK.....	6
3. TEST MATERYALİ.....	7
3.1. HAZIRLAMA.....	7
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	7
3.3. DAĞITIM.....	8
4. SONUÇLAR	10
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	10
5.1. ATANMIŞ DEĞER	10
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	11
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	11
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	12
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	19
7. GÖZLEMLER	25
8. REFERANSLAR	25

TABLolar

Tablo 1. Sebze Püresinde Pb, Cd, As Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	5
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	8
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	9
Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	12
Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	13
Tablo 6. $ z \leq 2$ sralığında yer ylan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	13
Tablo 7. Katılımcı yorumları.....	13
Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorları.....	14
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	19

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları Histogramı.....	16
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları Histogramı.....	17
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları Histogramı.....	18

ÖZET

Sebze püresinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 [1] esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 44 katılımcıya, 25/10/2017 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 g test materyali (sebze püresi) 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.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan MİN004 kodlu çevrime özgü ‘MİN004-Analiz Sonuç Bildirim Formu’ ile toplanmıştır. 44 katılımcıdan 42 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 (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Sebze püresinde Pb, Cd, As Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo1. Sebze püresinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (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)	0,211	35	40	% 88
Kadmiyum (Cd)	0,103	39	40	% 98
Arsenik (As)	0,204	30	32	% 94

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.

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 kabaklar yıkanıp püre haline getirildi. Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) standart çözeltileriyle zenginleştirme yapıldı ve homojen hale getirildi. Sebze (kabak) püresi örneği yeterlilik test materyali kaplarına en az 50 g olacak şekilde aktararak numaralandırıldı. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C'de 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. 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 buzdolabı sıcaklığında muhafaza edilen diğer örnekler de (katılımcı sonuç son bildirim tarihinden sonra) tekrar analiz edilerek kararlılık testi son zamanı (t=3) verileri ile kararlılık testi tamamlandı. Kararlılığın kontrolü için belirtilen süreler sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında iki tekrarlı analiz yapıldı [3]. Kararlılık deneylerine ait sonuçlar ve istatistiksel değerlendirme ($|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3 \sigma_{pt}$) Tablo 3'de verilmektedir.

3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-20°C'de) bulunan YT materyali (sebze püresi) buz akülü straforlu kutulara konularak 44 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte üst yazı ve katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu 'KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU' katılımcılara iletildi.

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

Sıra no	Kurşun (Pb) (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,237	0,238
2	0,251	0,253
3	0,252	0,232
4	0,245	0,244
5	0,242	0,260
6	0,237	0,235
7	0,247	0,253
8	0,245	0,249
9	0,237	0,232
10	0,242	0,246
Ortalama	0,244	
σ_{pt}	0,048	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,014	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,006	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,006	
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 Kadmiyum (Cd)

Sıra no	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,099	0,095
2	0,103	0,103
3	0,102	0,099
4	0,102	0,101
5	0,101	0,107
6	0,100	0,098
7	0,096	0,106
8	0,100	0,101
9	0,097	0,098
10	0,100	0,099
Ortalama	0,100	
σ_{pt}	0,022	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,007	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,002	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,003	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,001	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	

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

Sıra no	Arsenik (As) (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,206	0,207
2	0,211	0,216
3	0,213	0,212
4	0,216	0,210
5	0,214	0,224
6	0,208	0,207
7	0,205	0,213
8	0,197	0,210
9	0,206	0,206
10	0,206	0,199
Ortalama	0,209	
σ_{pt}	0,042	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,013	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,005	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,005	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,004	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	

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

	Kurşun (Pb) (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1			0,244	---	0,048	0,014	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,243 0,225	0,228 0,245	0,235	0,009	0,048	0,014	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,259 0,224	0,242 0,243	0,242	0,002	0,048	0,014	GEÇER

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

	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1			0,100	---	0,022	0,007	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,101 0,096	0,096 0,100	0,235	0,002	0,022	0,007	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,105 0,095	0,100 0,099	0,242	0,000	0,022	0,007	GEÇER

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} $	σ_{pt}	kritik değer (0,3 σ_{pt})	
Homojenlik testi t=1			0,209	---	0,042	0,013	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,220 0,218	0,220 0,226	0,221	0,012	0,042	0,013	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,221 0,215	0,208 0,217	0,215	0,006	0,042	0,013	GEÇER

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan sebze püresi materyalinde bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) düzeylerini tespit etmeleri, sonuçları mg/kg olarak Analiz Sonuç Bildirim Formuna kaydetmeleri istendi. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 44 laboratuvaradan Pb ve Cd için 40 katılımcı, As için 32 katılımcı sonuç bildirmiştir.

Sebze püresinde Pb, Cd, As için Özet İstatistik Değerlendirmesi Tablo 4'te, Pb, Cd, As için atanmış değer (x_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) değerleri Tablo 5'te, Tablo 6'da $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z skoru sayısı ve yüzdesi verilmektedir. Katılımcıların sonuç bildirim formu aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar ve z-skorları Tablo 8'de verilmektedir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

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

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir analit için atanmış değer (x_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma 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 değer belirsizliği değeri aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

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

s^* : sağlam (robust) standart sapma

p : katılımcı sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

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

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

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

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için σ_{pt} ,

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

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

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

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

$ z \leq 2$	Uygun
$2 < z < 3$	Sorgulanabilir
$ z \geq 3$	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-MİNERAL**’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları ile birlikte Tablo 8’ de özetlenmektedir ve Şekil 1,2,3’de histogram ile gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 7’de verilmektedir.

Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)
Sonuç sayısı	40	40	32
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,105-0,475	0,058-0,174	0,105-0,328
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,209	0,103	0,205
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,222	0,105	0,204
Atanmış değer(mg/kg)	0,211	0,103	0,204
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,047	0,015	0,045
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	35	39	30
$2 < z < 3$ sonuç sayısı	2	0	1
$ z \geq 3$ sonuç sayısı	3	1	1

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)
Kurşun (Pb)	40	0,211	0,009	0,043
Kadmiyum (Cd)	40	0,103	0,003	0,023
Arsenik (As)	32	0,204	0,010	0,041

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)	35	40	%88
Kadmiyum (Cd)	39	40	%98
Arsenik (As)	30	32	%94

Tablo 7. Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
1	Pb sayfası :LOQ:0,0001453 mg/kg Cd sayfası : LOQ:0,0000251 mg/kg As sayfası : LOQ:0,0000051 mg/kg
13	As sayfası: Analit Çalışılmadı.
17	Pb sayfası :LOQ:0,00057 mg/kg Cd sayfası: LOQ:0,00032 mg/kg
26	As sayfası: Analiz Edilmedi
29	As sayfası: Arsenik çalışması yapılmamıştır.

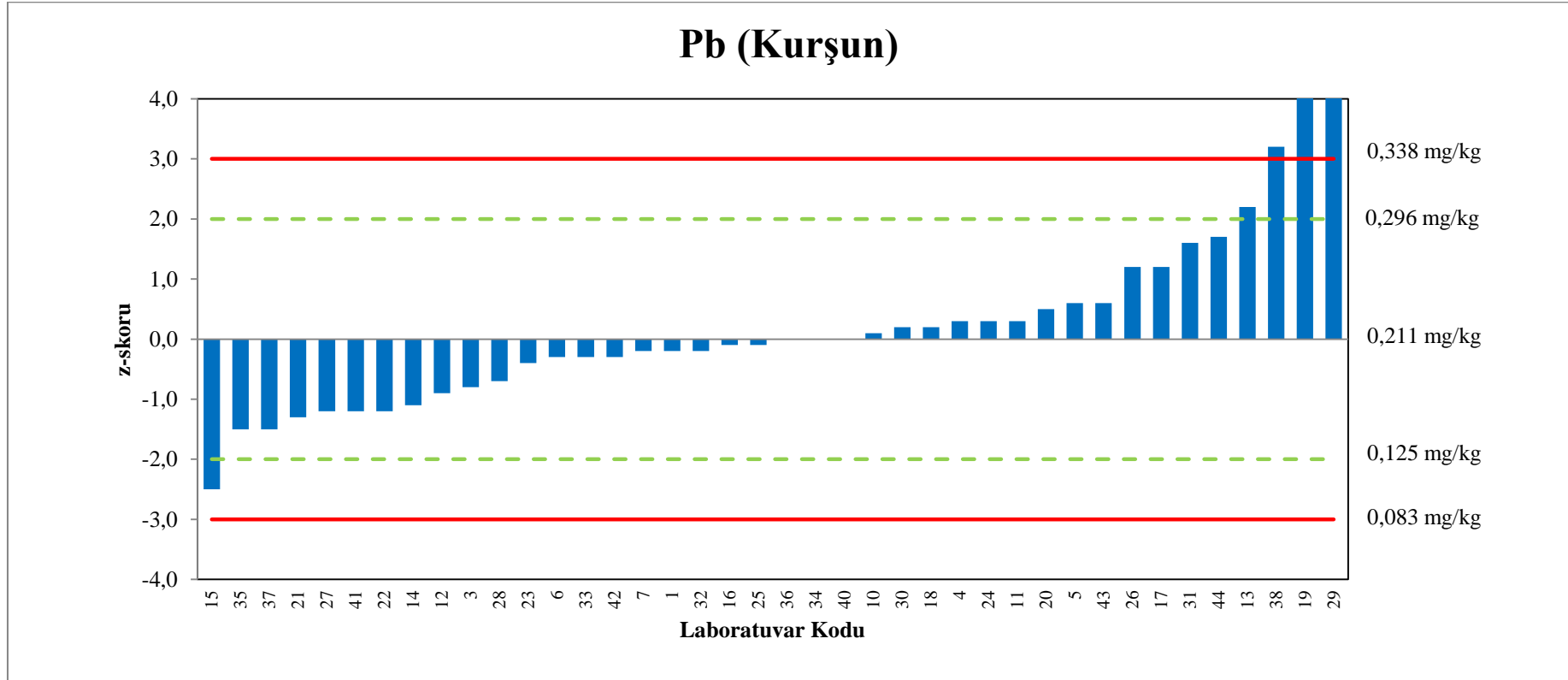
*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir

Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

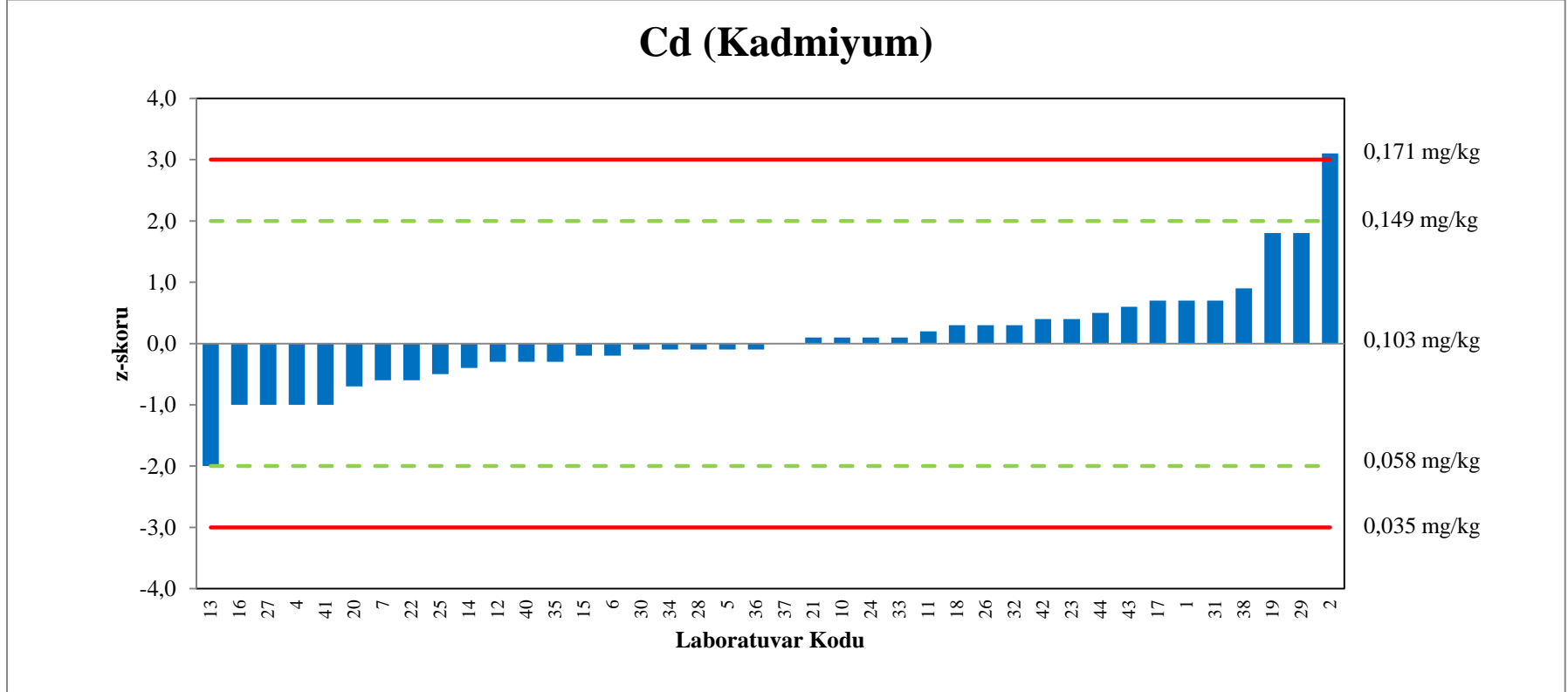
Lab. Kodu	Pb (Kurşun)		Cd (Kadmiyum)		As (Arsenik)	
	Atanmış Değer	0,211 mg/kg	Atanmış Değer	0,103 mg/kg	Atanmış Değer	0,204 mg/kg
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru
1	0,201	-0,2	0,119	0,7	0,246	1,0
2	Sonuç bildirdi		0,174	3,1	Sonuç bildirdi	
3	0,178	-0,8	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
4	0,222	0,3	0,081	-1,0	0,174	-0,7
5	0,235	0,6	0,102	-0,1	0,129	-1,8
6	0,197	-0,3	0,099	-0,2	0,184	-0,5
7	0,20	-0,2	0,09	-0,6	0,20	-0,1
8	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
9	Tespit edilemedi		Tespit edilemedi		Tespit edilemedi	
10	0,216	0,1	0,106	0,1	0,238	0,8
11	0,224	0,3	0,108	0,2	0,200	-0,1
12	0,1715	-0,9	0,0955	-0,3	0,105	-2,4
13	0,303	2,2	0,058	-2,0	Yapılamadı	
14	0,162	-1,1	0,095	-0,4	0,237	0,8
15	0,105	-2,5	0,098	-0,2	0,209	0,1
16	0,207	-0,1	0,080	-1,0	0,241	0,9
17	0,262	1,2	0,118	0,7	0,134	-1,7
18	0,22	0,2	0,11	0,3	0,18	-0,6
19	0,473	6,2	0,143	1,8	Sonuç bildirdi	
20	0,231	0,5	0,087	-0,7	0,186	-0,4
21	0,157	-1,3	0,105	0,1	0,270	1,6
22	0,16	-1,2	0,09	-0,6	0,14	-1,5
23	0,192	-0,4	0,113	0,4	0,230	0,6
24	0,223	0,3	0,106	0,1	0,218	0,3
25	0,207	-0,1	0,093	-0,5	0,205	0,0
26	0,26	1,2	0,11	0,3	Analiz edilmedi	
27	0,158	-1,2	0,080	-1,0	Sonuç bildirdi	
28	0,180	-0,7	0,101	-0,1	0,195	-0,2
29	0,475	6,2	0,145	1,8	Sonuç bildirdi	
30	0,218	0,2	0,100	-0,1	0,222	0,4

UGRL YT Raporu-MİN004

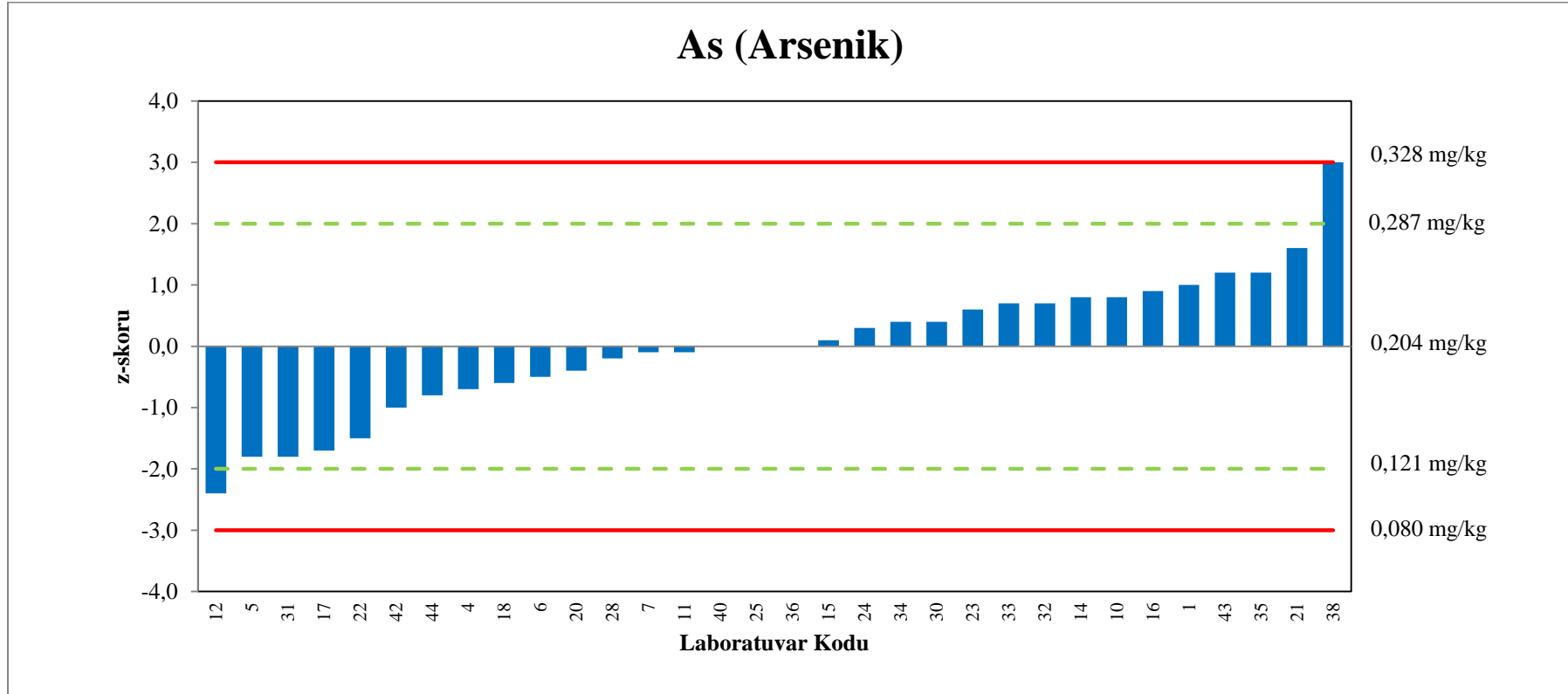
31	0,28	1,6	0,12	0,7	0,13	-1,8
32	0,201	-0,2	0,110	0,3	0,232	0,7
33	0,197	-0,3	0,106	0,1	0,231	0,7
34	0,212	0,0	0,100	-0,1	0,220	0,4
35	0,147	-1,5	0,097	-0,3	0,255	1,2
36	0,210	0,0	0,102	-0,1	0,205	0,0
37	0,148	-1,5	0,104	0,0	Sonuç bildirdi	
38	0,347	3,2	0,124	0,9	0,328	3,0
39	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
40	0,212	0,0	0,096	-0,3	0,202	0,0
41	0,159	-1,2	0,081	-1,0	Sonuç bildirdi	
42	0,198	-0,3	0,112	0,4	0,163	-1,0
43	0,235	0,6	0,116	0,6	0,252	1,2
44	0,284	1,7	0,115	0,5	0,172	-0,8



Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları Histogramı



Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları Histogramı



Şekil 3. Arsenik (As) z-skorumları Histogramı

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİNERAL’ 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	3	4	5	7	10	11	12	14	15	16	17	18	20
	21	22	23	24	25	27	28	29	30	31	32	33	34	35
	36	37	40	41	42	43	44							
Hayır	6	9	13	19	26	38								
Akredite metot (Cd)														
Evet	1	2	4	5	6	7	10	11	12	14	15	16	17	18
	20	21	22	23	24	25	27	28	29	30	31	32	33	34
	35	36	37	40	41	42	43	44						
Hayır	9	13	19	26	38									
Akredite metot (As)														
Evet	1	4	5	7	10	11	12	14	15	16	17	18	20	21
	22	23	24	25	28	30	31	32	33	34	35	36	40	43
	44													
Hayır	6	9	38	42										
Metot Kaynağı (Pb)														
İşletme İçi Metot (In-house)	5	27	43											
Uluslararası Dergide Yayınlanmış Makale	38													
Uluslararası Standart Metot	1	3	4	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17
	18	19	20	21	22	23	24	25	28	29	30	31	32	33
	34	35	37	40	41	42	44							
Ulusal Standart Metot	26	36												
Metot Kaynağı (Cd)														

İşletme İçi Metot (In-house)	5	27	43											
Uluslararası Dergide Yayınlanmış Makale	38													
Uluslararası Standart Metot	1	2	4	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16	17
	18	19	20	21	22	23	24	25	28	29	30	31	32	33
	34	35	37	40	41	42	44							
Ulusal Standart Metot	26	36												

Metot Kaynağı (As)

İşletme İçi Metot (In-house)	5	28	35	43										
Uluslararası Dergide Yayınlanmış Makale	38													
Uluslararası Standart Metot	1	4	6	7	9	10	11	12	14	15	16	17	18	20
	21	22	23	24	25	30	31	32	33	34	40	42	44	
Ulusal Standart Metot	36													

Metot Adı (Pb)

AOAC 999.01	20	28	33											
NMKL 161	6	7	9	12	13	16	17	18	19	21	22	24	29	31
	34	35	37	41	42									
NMKL 186	1	4	10	11	14	15	32	40	44					
TS 3606	26													
TS EN 14084	36													
EN 15763	30													
J. AOAC Int.2000 Sep- Oct;83(5):1218:24	38													
Diğer	3	5	23	25	27	43								

Metot Metot Adı (Cd)

AOAC 999.01	20	28	33											
NMKL 161	2	6	7	9	12	13	16	17	18	19	21	22	24	29
	31	34	35	37	41	42								
NMKL 186	1	4	10	11	14	15	32	40	44					
TS 3606	26													
TS EN 14084	36													
EN 15763	30													
J. AOAC Int.2000 Sep- Oct;83(5):1218:24	38													
Diğer	5	23	25	27	43									

Metot Adı (As)

TS EN 14627:2006/TS EN 13806:2004	20													
NMKL 166	17	18	21	22	31									
NMKL 161	6	7	9	12	16	24	34	42						
NMKL 186	4	10	11	14	15	32	40	44						
J. AOAC Int.2000 Sep-Oct;83(5):1218:24	38													
TS EN 14084	36													
TS EN 14627	33	35												
EN 15763	30													
Diğer	1	5	23	25	28	43								

Numune Miktarı (Pb)

<1	1	3	5	6	7	9	13	14	15	16	17	18	19	21
	22	24	26	27	28	29	30	31	32	35	37	38	40	42
	43	44												
1≤x<2	4	11	20	23	25	33	34	36	41					
2≤x<5	10	12												

Numune Miktarı (Cd)

<1	1	2	5	6	7	9	13	14	15	16	17	18	19	21
	22	24	26	27	28	29	30	31	32	35	37	38	40	42
	43	44												
1≤x<2	4	11	20	23	25	33	34	36	41					
2≤x<5	10	12												

Numune Miktarı (As)

<1	1	5	6	7	9	14	15	16	17	18	21	22	24	28
	30	31	32	35	38	40	42	43	44					
1≤x<2	4	11	20	23	25	33	34	36						
2≤x<5	10	12												

Numune Hazırlama (Pb)

Kuru Külleme

Mikrodalga Yakma

1	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
31	32	33	34	35	36	37	38	40	41	42	43	44	

Numune Hazırlama (Cd)

Kuru Külleme

Mikrodalga Yakma	1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	16
	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
	31	32	33	34	35	36	37	38	40	41	42	43	44	

Numune Hazırlama (As)

Kuru Külleme

Mikrodalga Yakma	1	4	5	6	7	9	10	11	12	14	15	16	17	18
	20	21	22	23	24	25	28	30	31	32	33	34	35	36
	38	40	42	43	44									

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler(Pb)

HNO ₃	9	13	19	21	24	25	28	29	30	34	36	38	42	43
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	3	4	5	6	7	10	12	14	15	17	18	20	22
	23	26	27	31	32	33	35	37	41	44				
HNO ₃ + HCl	11													
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	40													
Diğer	16													

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler(Cd)

HNO ₃	9	13	19	24	25	28	29	30	34	36	38	42	43	
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	2	4	5	6	7	10	12	14	15	17	18	20	22
	23	26	27	31	32	33	35	37	41	44				
HNO ₃ + HCl	11													
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	40													
Diğer	16													

Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler(As)

HNO ₃	21	24	25	28	30	34	36	38	42	43				
HNO ₃ + H ₂ O ₂	1	4	5	6	7	10	12	14	15	17	18	20	22	23
	31	32	35	44										
HNO ₃ + HCl	9	11												
HNO ₃ + HCl+H ₂ O ₂	33	40												
Diğer	16													

Matriks Düzenleyici (Modifier) (Pb)

Pd	6	13	18	26	36	42								
NH ₄ H ₂ PO ₄	7	16	17	19	22	29	31	35	37					
Mg(NO ₃) ₂ +Pd	33													
Kullanılmamış	1	3	4	5	9	10	11	12	14	15	20	21	23	24
	25	27	28	30	32	34	38	40	41	43	44			

Matriks Düzenleyici (Modifier) (Cd)

Pd	6	7	13	18	24	26	36	42						
NH ₄ H ₂ PO ₄	19	22	29	35	37									
Mg(NO ₃) ₂ +Pd	28	33												
Kullanılmamış	1	2	4	5	9	10	11	12	14	15	16	17	20	21
	23	25	27	30	31	32	34	38	40	41	43	44		

Matriks Düzenleyici (Modifier) (As)

Pd	6	7	16	17	18	31	42							
Kullanılmamış	1	4	5	9	10	11	12	14	15	20	21	22	23	24
	25	28	30	32	33	34	35	36	38	40	43	44		

Kullanılan Cihaz (Pb)

Grafit Fırın-AAS	6	7	13	16	17	18	19	20	22	24	26	28	29	31
	33	35	36	37	42									
ICP-MS	1	4	5	10	11	14	15	23	25	30	32	40	43	44
ICP-OES	3	9	12	21	27	34	38	41						

Kullanılan Cihaz (Cd)

Grafit Fırın-AAS	2	6	7	13	16	17	18	19	20	22	24	26	28	29
	31	33	35	36	37	42								
ICP-MS	1	4	5	10	11	14	15	23	25	30	32	40	43	44
ICP-OES	9	12	21	27	34	38	41							

Kullanılan Cihaz (As)

Grafit Fırın-AAS	6	7	16	17	18	31	42							
Hidrür-AAS	20	22	24	28	35	36								
ICP-MS	1	4	5	10	11	14	15	23	25	30	32	40	43	44
ICP-OES	9	12	21	33	34	38								

Dalga Boyu (nm)(Pb)

220,3	9	12	27	38	41									
-------	---	----	----	----	----	--	--	--	--	--	--	--	--	--

283,3	6	7	13	16	17	19	20	22	24	26	28	29	33	35
	36	37	42											

Belirtilmemiş 3 18 21 31 34

Dalga Boyu (nm)(Cd)

228,8	6	7	9	12	13	16	17	19	20	22	24	26	27	28
	29	33	35	36	37	38	41	42						

Belirtilmemiş 2 18 21 31 34

Dalga Boyu (nm)(As)

193,695	12	33	38											
193,7	6	7	16	20	22	24	28	35	36	42				
Diğer	9	17												
Belirtilmemiş	18	21	31	34										

Kütle (amu) (Pb)

206	15													
208	1	4	5	10	11	23	25	32	43					
206,207,208	30													
Belirtilmemiş	14	40	44											

Kütle (amu) (Cd)

111	1	4	5	10	11	15	23	25	30	32	43			
Belirtilmemiş	14	40	44											

Kütle (amu) (As)

75	1	4	5	10	11	15	23	25	30	32	43			
Belirtilmemiş	14	40	44											

Metot LOQ (mg/kg) (Pb)

≥0,001-<0,01	4	5	7	10	13	17	23	27	34	35	37	40	42	43
≥0,01-<0,1	3	11	12	14	15	16	18	20	21	25	28	29	30	31
	32	33	36	38	41									
≥0,1-<1,0	22	24												
≥1-<10	9													
Diğer	1	6	19	26	44									

Metot LOQ (mg/kg) (Cd)

≥0,001-<0,01	4	5	7	10	12	13	14	17	23	25	27	28	34	35
	37	40	41	42	43									

≥0,01-<0,1	11	15	16	18	20	21	24	29	30	32	33	36
≥0,1-<1,0	9	22	38									
Diğer	1	2	6	19	26	44						

Metot LOQ (mg/kg) (As)												
≥0,001-<0,01	4	6	7	10	12	17	23	34	40	42	43	
≥0,01-<0,1	5	11	15	16	20	21	24	25	30	31	32	33 35 36
≥0,1-<1,0	9	14	18	22	28	38						
Diğer	1	44										

7. GÖZLEMLER

Gıdalarda Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) analizi ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarların katılımıyla gerçekleşen toplam 44 katılımcıdan oluşan MİN004 çevrim kodlu Sebze püresinde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) yeterlilik test çevrimi sonuçlarının da gösterdiği gibi katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı sonuç (Pb % 88, Cd % 98, As % 94) elde ettiği görülmektedir.

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.