



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



# **YETERLİLİK TESTİ**

## **SONUÇ RAPORU**

**Liyofilize Midye Civa (Hg) Analizi**  
**UGRL YT Raporu- MİN008**  
**MART-MAYIS 2020**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrim Kodu ve Adı:** MİN008 Liyofilize Midye Civa (Hg) Analizi

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 10/03/2020

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 15/04/2020

**Rapor Yayın Tarihi:** 08/05/2020

**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

**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> .....  | <b>4</b>  |
| <b>1. GİRİŞ</b> .....                                    | <b>5</b>  |
| <b>2. GİZLİLİK</b> .....                                 | <b>5</b>  |
| <b>3. TEST MATERYALİ</b> .....                           | <b>6</b>  |
| 3.1. HAZIRLAMA .....                                     | 6         |
| 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....                      | 6         |
| 3.3. DAĞITIM .....                                       | 7         |
| <b>4. SONUÇLAR</b> .....                                 | <b>7</b>  |
| <b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ</b> ..... | <b>8</b>  |
| 5.1. ATANMIŞ DEĞER .....                                 | 8         |
| 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....                   | 8         |
| 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....                      | 9         |
| 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI .....             | 9         |
| <b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....    | <b>13</b> |
| <b>7. GÖZLEMLER</b> .....                                | <b>16</b> |
| <b>8. REFERANSLAR</b> .....                              | <b>16</b> |

**TABLolar**

|  |    |
|--|----|
| Tablo 1. Liyofilize Midye Civa (Hg) analizi yeterlilik testi sonuç özeti ..... | 4  |
| Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme .....        | 7  |
| Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme .....                      | 7  |
| Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi .....                                 | 10 |
| Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması .....                    | 10 |
| Tablo 6. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi .....      | 10 |
| Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....                               | 11 |
| Tablo 8. Katılımcı yorumları .....   | 13 |
| Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri .....                                      | 13 |

**ŞEKİLLER**

|  |    |
|--|----|
| Şekil 1. Civa (Hg) z-skorları Histogramı ..... | 12 |
|--|----|

**ÖZET**

- Liyofilize Midye, Civa (Hg) Analizi Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 [1] esas alınmıştır.
- Çevrim için başvuruda bulunan 43 katılımcıya, 10/03/2020 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 25 g test materyali gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde yer alan Civa (Hg) elementi için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan MİN008 kodlu çevrime özgü ‘MİN008-Analiz Sonuç Bildirim Formu’ ile toplanmıştır. 43 katılımcı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına [2] uygun olarak, test materyalinde yer alan Civa (Hg), elementi 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.
- MİN008 kodlu Liyofilize Midye Civa (Hg) analizi yeterlilik testi çevrimindeki analit TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamında değildir.

Liyofilize Midye Civa (Hg) analizi yeterlilik testi sonuç özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Liyofilize Midye Civa (Hg) analizi yeterlilik testi sonuç özeti

| Analit    | Atanmış değer ( $x_{pt}$ )<br>(mg/kg) | $ z  \leq 2$<br>skor sayısı | Toplam skor<br>sayısı | % $ z  \leq 2$ |
|-----------|---------------------------------------|-----------------------------|-----------------------|----------------|
| Civa (Hg) | 1,006                                 | 41                          | 43                    | 95             |

## 1. GİRİŞ

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

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

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik”in Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkrada e 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 midye kullanıldı. Midye eti standart çözelti ile zenginleştirilme yapıp blender kullanılarak çekildi. Çekilmiş midye eti liyofilizatör cihazı kullanılarak toz liyofilize midye haline getirildi. Toz liyofilize midye değirmende öğütülüp 500 µm elekten geçirildikten sonra toz karıştırıcıda homojen hale getirildi. Liyofilize midye örneği yeterlilik test materyali kaplarına en az 25 g olacak şekilde aktararak numaralandırıldı. Test materyalleri 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 civa analizörü 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. 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 Civa (Hg)

| ISO 13528'e göre                        | Civa (Hg) (mg/kg) |
|---|-------------------|
| Ortalama                                | 1,109             |
| $\sigma_{pt}$                           | 0,175             |
| $0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer) | 0,052             |
| $s_x$ (örnek ort. std. sapması)         | 0,016             |
| $s_w$ (örnek-içi std. sapma)            | 0,016             |
| $s_s$ (örnekler-arası std.sapma)        | 0,010             |
| $s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$              | GEÇER             |

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme Civa (Hg)

|  | Civa (Hg) (mg/kg) |                |       |                       |               |                                      |   |
|--|-------------------|----------------|-------|-----------------------|---------------|--------------------------------------|---|
|  | Tekrar_1          | Tekrar_2       | ort   | $ \bar{x} - \bar{y} $ | $\sigma_{pt}$ | kritik değer<br>( $0,3\sigma_{pt}$ ) | $ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$ |
| Homojenlik testi<br>t=1                  |                   |                | 1,109 | ---                   | 0,175         | 0,052                                | ---                                       |
| YTM Kargo İletim<br>Günü t=2             | 1,127<br>1,098    | 1,133<br>1,058 | 1,104 | 0,005                 | 0,175         | 0,052                                | <b>GEÇER</b>                              |
| Sonuç Son Bildirim<br>Tarihi Sonrası t=3 | 1,133<br>1,058    | 1,085<br>1,132 | 1,102 | 0,007                 | 0,175         | 0,052                                | <b>GEÇER</b>                              |

### 3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan YT materyali (liyofilize midye) ağzı kilitli alüminyum kaplara konularak 43 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu 'KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU' katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan liyofilize midyede bulunan Civa (Hg) düzeyini tespit etmeleri, sonucu mg/kg olarak 'ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA' kaydetmeleri istendi. Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 43 laboratuvarın tamamı sonuç bildirmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerlerin standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değer 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 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 (robust) standart sapma hesaplandı [3].

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

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

$u(x_{pt})$  : atanmış değerlerin 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 büyük analitler için  $\sigma_{pt}$  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

Civa (Hg) elementi için her bir laboratuvarın performansı ISO 13528 standardı ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

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

$x_i$ : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

$x_{pt}$ : atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : 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

Civa elementi için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 5'de,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN008**' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 7' de özetlenmektedir ve Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 8'de verilmektedir.

**Tablo 4.** Özet İstatistik Değerlendirmesi

| Civa (Hg)                           |               |
|-------------------------------------|---------------|
| Sonuç sayısı                        | 43            |
| Sonuç aralığı (mg/kg)               | 0,4311-1,3050 |
| Sonuçların ortancası (mg/kg)        | 1,010         |
| Sonuçların ortalaması (mg/kg)       | 0,995         |
| Atanmış değer(mg/kg)                | <b>1,006</b>  |
| Sağlam Standart sapma (mg/kg)       | 0,072         |
| Yeterlilik standart sapması (mg/kg) | 0,161         |
| $ z  \leq 2$ sonuç sayısı           | 41            |
| $ z  > 2$ sonuç sayısı              | 2             |

**Tablo 5.** Atanmış Değer ve Yeterlilik Standart Sapması

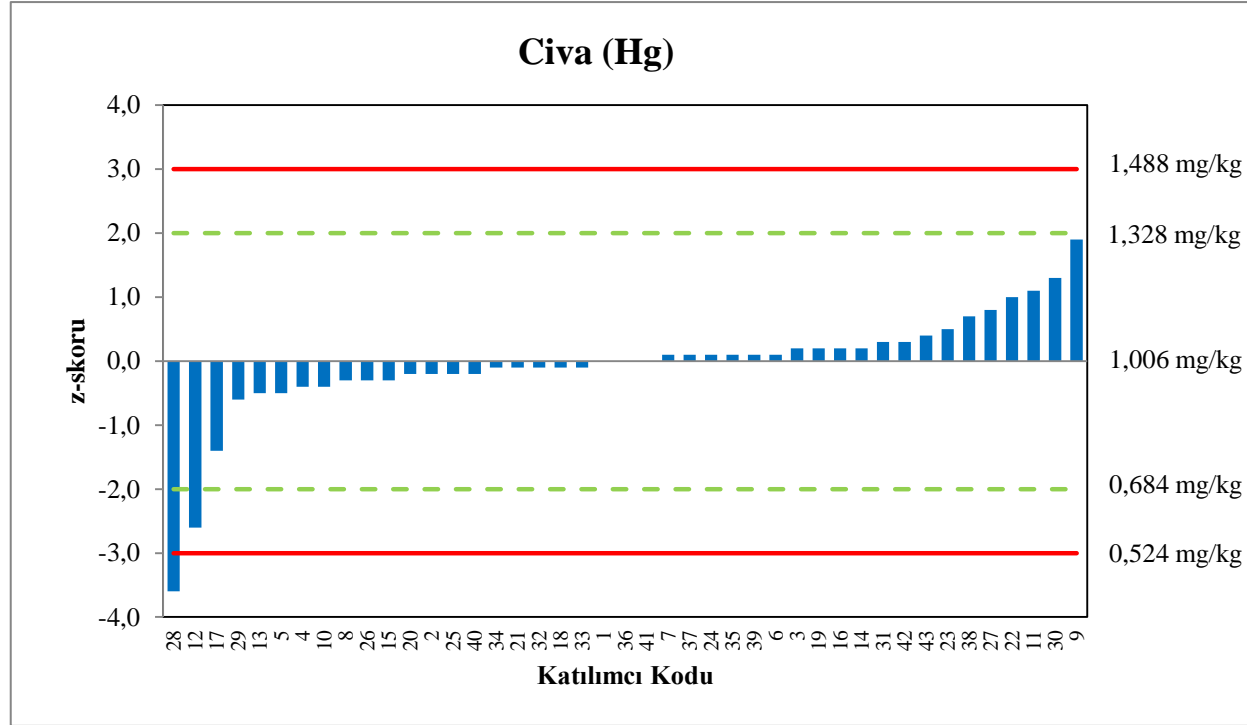
| Analit    | Veri sayısı (n) | Atanmış değer ( $x_{pt}$ ) (mg/kg) | Belirsizlik ( $u(x_{pt})$ ) (mg/kg) | Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) (mg/kg) |
|-----------|-----------------|------------------------------------|-------------------------------------|---|
| Civa (Hg) | 43              | 1,006                              | 0,014                               | 0,161   |

**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 (%) |
|-----------|--------------------------|--------------------|--------------------------|
| Civa (Hg) | 41                       | 43                 | % 95                     |

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

| Lab Kodu | Civa (Hg)     |               | Lab Kodu | Civa (Hg)     |               |
|----------|---------------|---------------|----------|---------------|---------------|
|          | Atanmış Değer | 1,006 (mg/kg) |          | Atanmış Değer | 1,006 (mg/kg) |
|          | Sonuç (mg/kg) | z-skorum      |          | Sonuç (mg/kg) | z-skorum      |
| 1        | 1,004         | 0,0           | 23       | 1,09          | 0,5           |
| 2        | 0,972         | -0,2          | 24       | 1,02          | 0,1           |
| 3        | 1,033         | 0,2           | 25       | 0,975         | -0,2          |
| 4        | 0,936         | -0,4          | 26       | 0,95          | -0,3          |
| 5        | 0,933         | -0,5          | 27       | 1,13          | 0,8           |
| 6        | 1,021         | 0,1           | 28       | 0,4311        | <b>-3,6</b>   |
| 7        | 1,016         | 0,1           | 29       | 0,905         | -0,6          |
| 8        | 0,95          | -0,3          | 30       | 1,215         | 1,3           |
| 9        | 1,305         | 1,9           | 31       | 1,05          | 0,3           |
| 10       | 0,94          | -0,4          | 32       | 0,987         | -0,1          |
| 11       | 1,19          | 1,1           | 33       | 0,995         | -0,1          |
| 12       | 0,58          | <b>-2,6</b>   | 34       | 0,983         | -0,1          |
| 13       | 0,925         | -0,5          | 35       | 1,02          | 0,1           |
| 14       | 1,043         | 0,2           | 36       | 1,01          | 0,0           |
| 15       | 0,951         | -0,3          | 37       | 1,018         | 0,1           |
| 16       | 1,039         | 0,2           | 38       | 1,12          | 0,7           |
| 17       | 0,778         | -1,4          | 39       | 1,02          | 0,1           |
| 18       | 0,99          | -0,1          | 40       | 0,98          | -0,2          |
| 19       | 1,033         | 0,2           | 41       | 1,01          | 0,0           |
| 20       | 0,97          | -0,2          | 42       | 1,05          | 0,3           |
| 21       | 0,984         | -0,1          | 43       | 1,078         | 0,4           |
| 22       | 1,167         | 1,0           |          |               |               |



Şekil 1. Civa (Hg) z-skorları Histogramı

**Tablo 8.** Katılımcı Yorumları

| Lab Kodu | Yorum*            |
|----------|-------------------|
| 23       | Katılımcı kodu:23 |

\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN008’ 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

|      |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| Evet | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 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 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |

### Metot Kaynağı

|                              |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|------------------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| İşletme İçi Metot (in house) | 6  | 10 | 16 | 26 | 40 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Uluslararası Standart Metot  | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 7  | 8  | 9  | 12 | 13 | 14 | 15 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 |
|                              | 22 | 23 | 24 | 25 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 32 | 33 | 34 | 35 | 36 | 37 | 38 | 39 |
|                              | 41 | 42 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Belirtilmemiş                | 11 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

**Metot Adı**

|                       |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
|-----------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|
| NMKL 161              | 11 | 13 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| NMKL 186              | 1  | 3  | 7  | 8  | 9  | 12 | 14 | 15 | 18 | 19 | 20 | 21 | 24 | 28 | 29 | 30 | 31 |  |
|                       | 32 | 35 | 37 | 41 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| NMKL 170              | 17 | 25 | 26 | 27 | 36 | 38 | 39 | 42 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| TS EN 13806           | 2  | 22 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| BS EN 13806           | 33 | 34 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| EN 15763              | 23 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| NMKL 161,<br>NMKL 186 | 5  | 40 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| J. AOAC<br>Int.2000   | 10 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| Diğer                 | 6  |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| Belirtilmemiş         | 4  | 16 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |

**Numune Miktarı (g)**

|         |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
|---------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|
| <1      | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 10 | 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 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| 0,2-0,5 | 11 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |

**Numune Hazırlama**

|                     |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
|---------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|
| Mikrodalga<br>Yakma | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 10 | 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 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| Belirtilmemiş       | 11 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |

**Numune Hazırlamada Kullanılan Reaktifler**

|  |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
|--|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|
| HNO <sub>3</sub>                                     | 2  | 10 | 14 | 17 | 20 | 22 | 23 | 24 | 25 | 27 | 29 | 31 | 35 | 39 | 43 |    |    |  |
| HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>     | 3  | 4  | 5  | 8  | 9  | 11 | 12 | 13 | 15 | 16 | 21 | 26 | 28 | 30 | 32 | 33 | 34 |  |
|  | 36 | 37 | 38 | 40 | 41 | 42 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |
| HNO <sub>3</sub> + HCl+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> | 1  | 6  | 7  | 18 | 19 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |

**Matriks Düzenlevici (Modifier)**

|                   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|-------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| Altın (Au)        | 8  | 19 | 24 | 30 | 37 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| SnCl <sub>2</sub> | 2  | 17 | 39 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| 5M HCL+NaBH       | 11 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Diğer             | 9  | 10 | 40 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Kullanılmamış     | 1  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 18 | 20 | 21 | 22 | 23 | 26 |
|                   | 27 | 28 | 29 | 31 | 32 | 33 | 34 | 35 | 36 | 38 | 41 | 42 | 43 |    |    |    |    |
| Belirtilmemiş     | 25 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

**Kullanılan Cihaz**

|                   |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|-------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| Hidrür Sistem AAS | 2  | 17 | 22 | 25 | 26 | 33 | 34 | 36 | 38 | 39 | 40 | 42 |    |    |    |    |    |
| AAS               | 11 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| ICP-OES           | 10 | 13 | 16 | 27 | 31 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| ICP-MS            | 1  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 12 | 14 | 15 | 18 | 19 | 20 | 21 | 23 | 24 |
|                   | 28 | 29 | 30 | 32 | 35 | 37 | 41 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

**Dalga Boyu (nm)**

|               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |
|---------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|--|--|--|--|--|--|
| 253,7         | 2  | 11 | 17 | 33 | 34 | 36 | 38 | 39 | 40 | 42 |  |  |  |  |  |  |  |
| 253,65        | 22 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |
| 253,652       | 10 | 13 | 16 | 27 |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |
| Belirtilmemiş | 25 | 26 |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |
| Diğer         | 31 | 43 |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |

**Kütle (amu)**

|               |    |   |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|---------------|----|---|----|----|----|----|----|----|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| 200           | 24 |   |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 201           | 3  | 5 | 15 | 32 | 35 | 41 |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 202           | 7  | 8 | 14 | 19 | 20 | 21 | 23 | 28 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 201,202       | 18 |   |    |    |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Diğer         | 1  | 9 | 29 | 30 |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Belirtilmemiş | 4  | 6 | 12 | 37 |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**Metot LOQ (mg/kg)**

|              |  |
|--------------|--|
| ≥0,001-<0,01 | 1 3 6 7 8 9 12 14 17 18 19 22 29 32 33 35 36     |
|              | 42   |
| ≥0,01-<0,1   | 4 5 10 13 15 16 20 21 23 24 25 27 28 30 31 34 37 |
|              | 38 40 41 43                                      |
| ≥0,1-<1,0    | 26 39  |
| Diğer        | 2 11   |

**7. GÖZLEMLER**

Gıdalarda Civa (Hg) analiz yapma ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarların katılımıyla gerçekleşen toplam 43 katılımcıdan oluşan MİN008 çevrim kodlu Liyofilize Midye Civa (Hg) analizi yeterlilik test çevrimi sonuçları incelendiğinde katılımcıların oldukça başarılı sonuç elde ettiği (% 95), sadece iki katılımcının başarısız olduğu 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.