



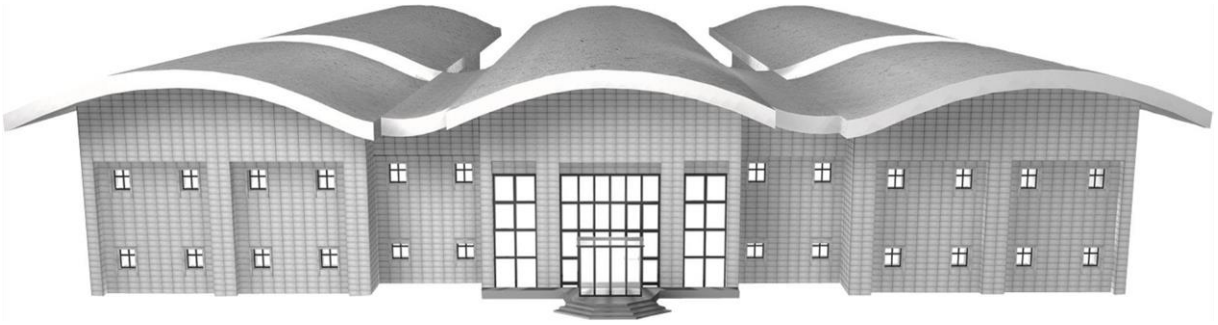
T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



AB-0015-YT

UGRL-YT
Raporu MİN011

Yayın Tarihi
12-21



YETERLİLİK TESTİ

SONUÇ RAPORU

Kakao Tozu Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), Arsenik (As) Analizi
UGRL YT Raporu- MİN011
EKİM-ARALIK 2021

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: MİN011 Kakao tozu Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), Arsenik (As) Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 12/10/2021

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 17/11/2021

Rapor Yayın Tarihi: 09/12/2021

Raporu Hazırlayan(lar):



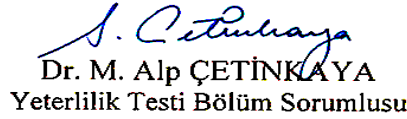
Dr. Kazım SEZER Dr. Y.Özlem ALİFAKI
Mineral Madde Bölümü Mineral Madde Bölümü

Çevrim Koordinatörü:



Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü

YT Koordinatörü:



Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Bölüm 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

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.....	10
4. SONUÇLAR	10
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	10
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	10
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI	11
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	11
5.3.1. Z-SKORU	11
5.3.2. ZETA-SKORU	12
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	13
5.4.1. Z-SKORLARI	13
5.4.2. ZETA-SKORLARI.....	22
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	29
7. GÖZLEMLER	35
8. REFERANSLAR	37

TABLolar

Tablo 1. Kakao tozu Pb, Cd, As analizi 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.....	13
Tablo 5. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	13
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları.....	14
Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	22
Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	24
Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	26
Tablo 10. Katılımcı yorumları.....	28
Tablo 11. Kurşun (Pb) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	29
Tablo 12. Kadmiyum (Cd) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	31
Tablo 13. Arsenik (As) elementi için katılımcı analiz bilgileri.....	33

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorumları histogramı.....	16
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorumları histogramı.....	17
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorumları histogramı.....	18
Şekil 4. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	19
Şekil 5. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği...	20
Şekil 6. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	21
Şekil 7. Katılımcıların metod ve cihaz kullanım durumları.....	36

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde kamu ve özel laboratuvar olarak toplam elli dokuz (59) laboratuvarın katılımı ile “Kakao tozu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) analizi” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Çevrim için başvuruda bulunan 59 katılımcıya, 12/10/2021 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 25 g test materyali gönderilmiştir.

Katılımcılardan test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) elementlerinin miktarsal olarak sonuçlarını ve ölçüm belirsizliklerini bildirmeleri istenmiştir. Gönderilen sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skorları belirlenerek ortaya konmuştur (Tablo 1). Bunun yanında ölçüm belirsizliklerinden zeta-skorları belirlenmiş ve sonuca göre beyan ettikleri ölçüm belirsizliği değerlerinin de uygunluğu belirlenmiştir. Sonuçlara ait detaylı gözlemler 7. bölüm olan ‘GÖZLEMLER’ kısmında verilmektedir.

MİN011 kodlu kakao tozu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) analizi yeterlilik testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı [1] akreditasyonu kapsamındadır.

Tablo 1. Kakao tozu Pb, Cd, As analizi yeterlilik testi sonuçları özeti

Analit	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Toplam z-skor sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$	Toplam zeta-skor sayısı	$ \zeta \leq 2$ skor sayısı	% $ \zeta \leq 2$
Kurşun (Pb)	0,224	54	54	100	53	47	89
Kadmiyum(Cd)	0,105	55	55	100	54	46	85
Arsenik (As)	0,251	49	49	100	48	41	85

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” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra 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 kakao tozu kullanıldı. Kurşun (Pb) ve Kadmiyum (Cd) miktarı için standart çözelti ile zenginleştirilme yapılmayıp doğal halinde bırakıldı. Arsenik (As) miktarı için ise standart çözeltiyle zenginleştirme yapıldı. Daha sonra kakao tozu iyice karıştırılıp 500 µm elekten geçirilerek homojen hale getirildi. Kakao tozu 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 [2] 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 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	0,242
σ_{pt}	0,048
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,014
s_x (örnek ort. sapması)	0,020
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,036
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

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

ISO 13528'e göre	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)
Ortalama	0,093
σ_{pt}	0,020
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,006
s_x (örnek ort. sapması)	0,003
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,005
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER

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

ISO 13528'e göre	Arsenik (As) (mg/kg)
Ortalama	0,216
σ_{pt}	0,044
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,013
s_x (örnek ort. sapması)	0,008
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,030
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)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,242	---	0,048	0,014	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,234	0,008	0,048	0,014	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,242	0,000	0,048	0,014	GEÇER

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

	Kadmiyum (Cd) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,093	---	0,020	0,006	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,090	0,003	0,020	0,006	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,089	0,004	0,020	0,006	GEÇER

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

	Arsenik (As) (mg/kg)				
	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
Homojenlik testi t=1	0,216	---	0,044	0,013	---
YTM Kargo İletim Günü t=2	0,205	0,011	0,044	0,013	GEÇER
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası t=3	0,208	0,008	0,044	0,013	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan YT materyali ağzı kilitli alüminyum kaplara konularak 59 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan kakao tozunda bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) düzeylerini tespit etmeleri ve sonuca ait genişletilmiş ölçüm belirsizliğini (\pm mg/kg) ($k=2$) hesaplamaları istenmiştir. Elde edilen sonuçları mg/kg olarak ‘**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA**’ kaydetmeleri istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 59 laboratuvardan Kurşun (Pb) için 54, Kadmiyum (Cd) için 55 katılımcı, Arsenik (As) için ise 49 katılımcı sonuç bildirmiştir. Bir katılımcı Arsenik (As) için diğer bir katılımcı ise, Kurşun (Pb) ve Kadmiyum (Cd) sonucuna ait ölçüm belirsizliği değerlerini metot validasyon ve ölçüm belirsizliği raporları henüz hazırlanmadığından bildirmemiştir.

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 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, 4].

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

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

$u(x_{pt})$: atanmış değerin 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 σ_{pt} aşağıdaki eşitlik ile,

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

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için ise σ_{pt} aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmıştır. [5].

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

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

5.3.1. z-skoru

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 bildirilen 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 [6]:

$|z| \leq 2,0$ Uygun

$|z| > 2,0$ Uygun Değil

5.3.2. zeta-skoru

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre zeta-skoru cinsinden ifade edilmektedir [2].

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

x_i : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

$u(x_i)$: katılımcı sonucunun standart belirsizliği

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

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını bildirdikleri ölçüm belirsizliği yardımıyla değerlendirilen zeta skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

$$|\zeta| \leq 2,0 \quad \text{Uygun}$$

$$|\zeta| > 2,0 \quad \text{Uygun Değil}$$

Katılımcı sonuçlarının belirsizliklerinin değerlendirilmesinde, maksimum belirsizlik (u_{mak}) ve minimum belirsizlik (u_{min}) değerleri kullanılmıştır. ISO 13528'e göre, bir üst sınır olan u_{mak} 'un, katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olmaması gerekmektedir. $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlandığında ise, katılımcı sonucunun bundan daha küçük bir belirsizliğe sahip olması beklenmemektedir. Bu nedenle, $u(x_{pt})$, u_{min} adı verilen bir alt sınır olarak kullanılabilir. u_{min} ve u_{mak} , anormal belirsizlikleri tanımlamak için kullanılan sınırlar olup; katılımcılar için bilgilendirme amaçlı yapılmıştır.

$$u_{min} : u(x_{pt})$$

$$u_{mak} : 1,5 \times s^*$$

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

s^* : katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

MİN011 Kakao tozu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) analizi yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorumları hesaplanmıştır. Ölçüm belirsizliği performans değerlendirilmesi de yapılmış olup; zeta-skorumları hesaplanmıştır. Hesaplanan zeta skorumları, katılımcılara *bilgilendirme* amaçlı verilmiştir.

5.4.1. z-skorumları

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorumların sayısı ve yüzdesi Tablo 5'de verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN011' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları ile birlikte Tablo 6' da özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3'de histogram ile, katılımcıların ölçüm belirsizliği dağılımı ve analite ait çekirdek yoğunluğu kestirimi içeren grafikler Şekil 4, 5, 6'da gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen analiz bilgileri Tablo 11, 12 ve 13'de verilmektedir.

Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)
Sonuç sayısı	54	55	49
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,170-0,294	0,073-0,140	0,190-0,294
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,226	0,105	0,251
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,224	0,105	0,250
Atanmış değer (mg/kg)	0,224	0,105	0,251
Belirsizlik $u(x_{pt})$ (mg/kg)	0,004	0,002	0,004
Sağlam Standart sapma (s^*) (mg/kg)	0,022	0,012	0,024
Y.T std sapma (σ_{pt}) (mg/kg)	0,045	0,023	0,049
Sağlam RSD %	10	11	10

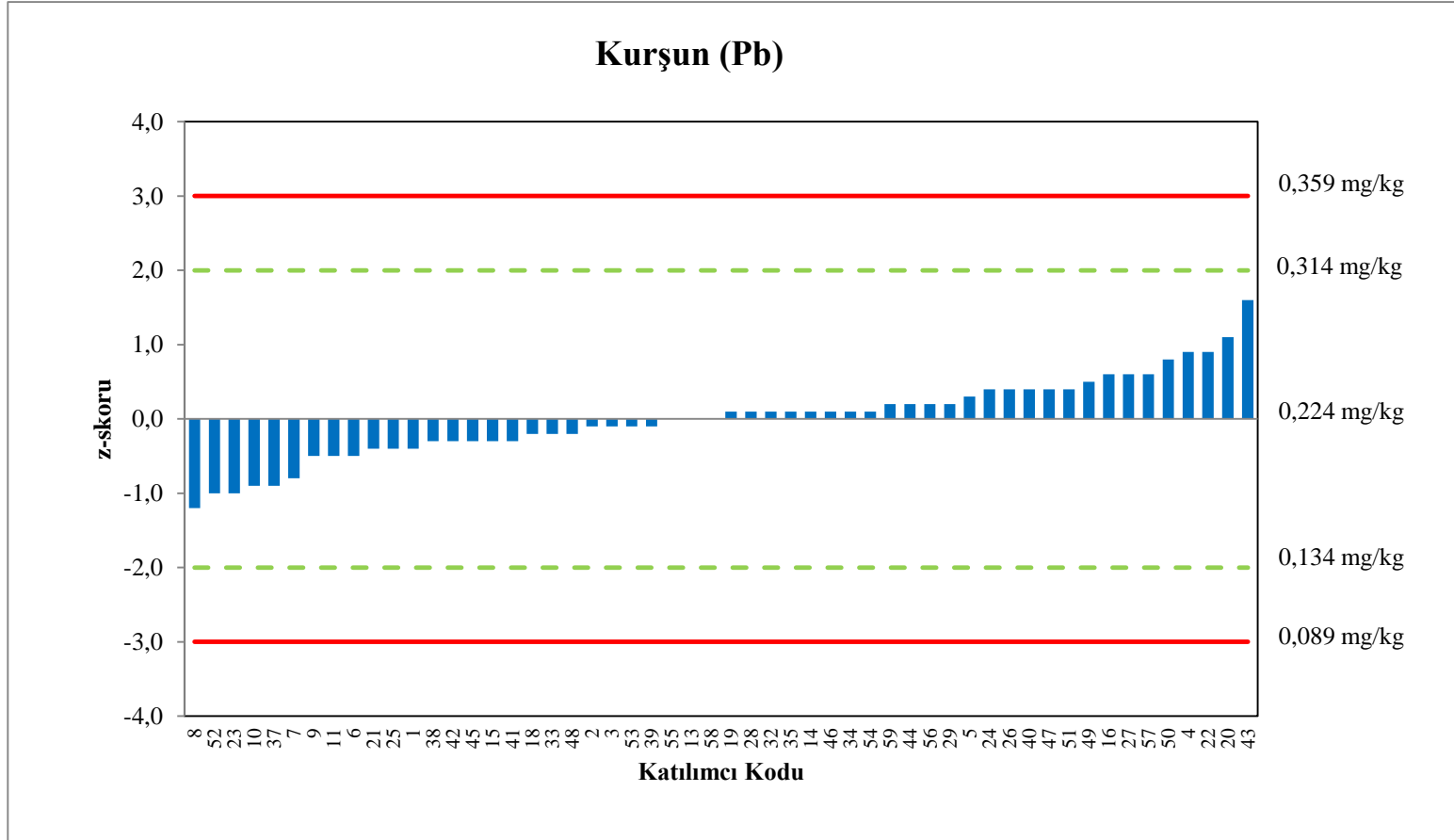
Tablo 5. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skorum sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z \leq 2$ skorum sayısı	Toplam skorum sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi (%)
Kurşun (Pb)	54	54	% 100
Kadmiyum (Cd)	55	55	% 100
Arsenik (As)	49	49	% 100

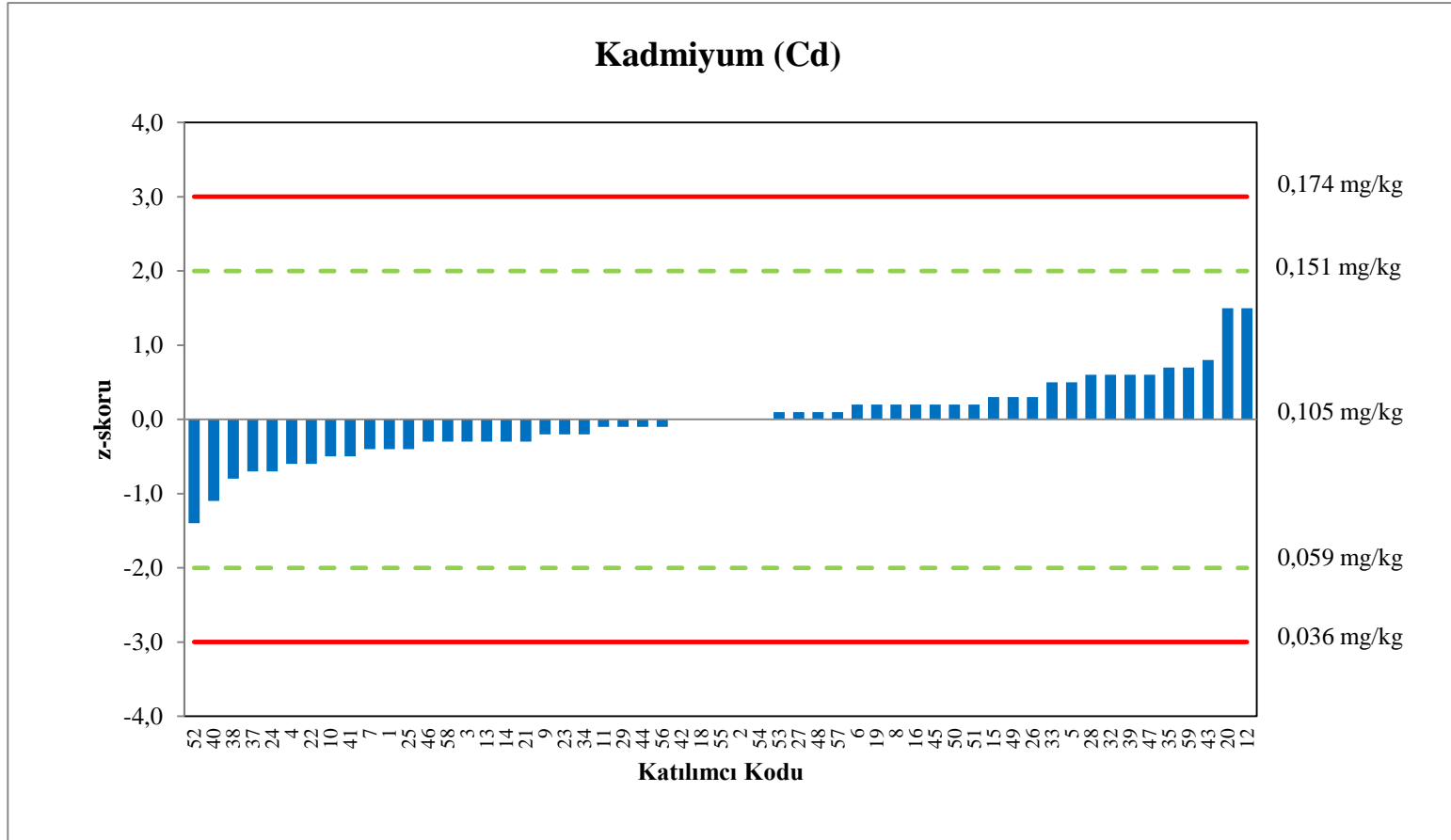
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)	
	Atanmış Değer	0,224 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,105(mg/kg)	Atanmış Değer	0,251(mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	0,208	-0,4	0,096	-0,4	0,272	0,4
2	0,22	-0,1	0,106	0,0	0,287	0,7
3	0,22	-0,1	0,098	-0,3	0,262	0,2
4	0,264	0,9	0,091	-0,6	0,243	-0,2
5	0,238	0,3	0,117	0,5	0,26	0,2
6	0,203	-0,5	0,109	0,2	0,217	-0,7
7	0,188	-0,8	0,095	-0,4	0,256	0,1
8	0,17	-1,2	0,11	0,2	Sonuç bildirdi	
9	0,2	-0,5	0,1	-0,2	Sonuç bildirdi	
10	0,186	-0,9	0,093	-0,5	0,268	0,3
11	0,201	-0,5	0,102	-0,1	0,256	0,1
12	Sonuç bildirdi		0,14	1,5	0,28	0,6
13	0,225	0,0	0,099	-0,3	0,25	0,0
14	0,229	0,1	0,099	-0,3	0,265	0,3
15	0,211	-0,3	0,111	0,3	0,258	0,1
16	0,25	0,6	0,11	0,2	0,27	0,4
17	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
18	0,215	-0,2	0,105	0,0	0,227	-0,5
19	0,227	0,1	0,109	0,2	0,278	0,5
20	0,274	1,1	0,139	1,5	0,294	0,9
21	0,205	-0,4	0,099	-0,3	Sonuç bildirdi	
22	0,26625	0,9	0,09134	-0,6	0,195	-1,1
23	0,18	-1,0	0,1	-0,2	0,21	-0,8
24	0,24	0,4	0,09	-0,7	0,28	0,6
25	0,205	-0,4	0,096	-0,4	0,245	-0,1
26	0,24	0,4	0,113	0,3	0,244	-0,1
27	0,251	0,6	0,108	0,1	0,271	0,4
28	0,227	0,1	0,12	0,6	0,251	0,0
29	0,235	0,2	0,102	-0,1	0,242	-0,2
30	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
31	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
32	0,228	0,1	0,12	0,6	0,272	0,4
33	0,215	-0,2	0,116	0,5	0,238	-0,3
34	0,23	0,1	0,1	-0,2	0,25	0,0
35	0,228	0,1	0,121	0,7	0,272	0,4
36	Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi		Sonuç bildirdi	
37	0,186	-0,9	0,088	-0,7	0,19	-1,2

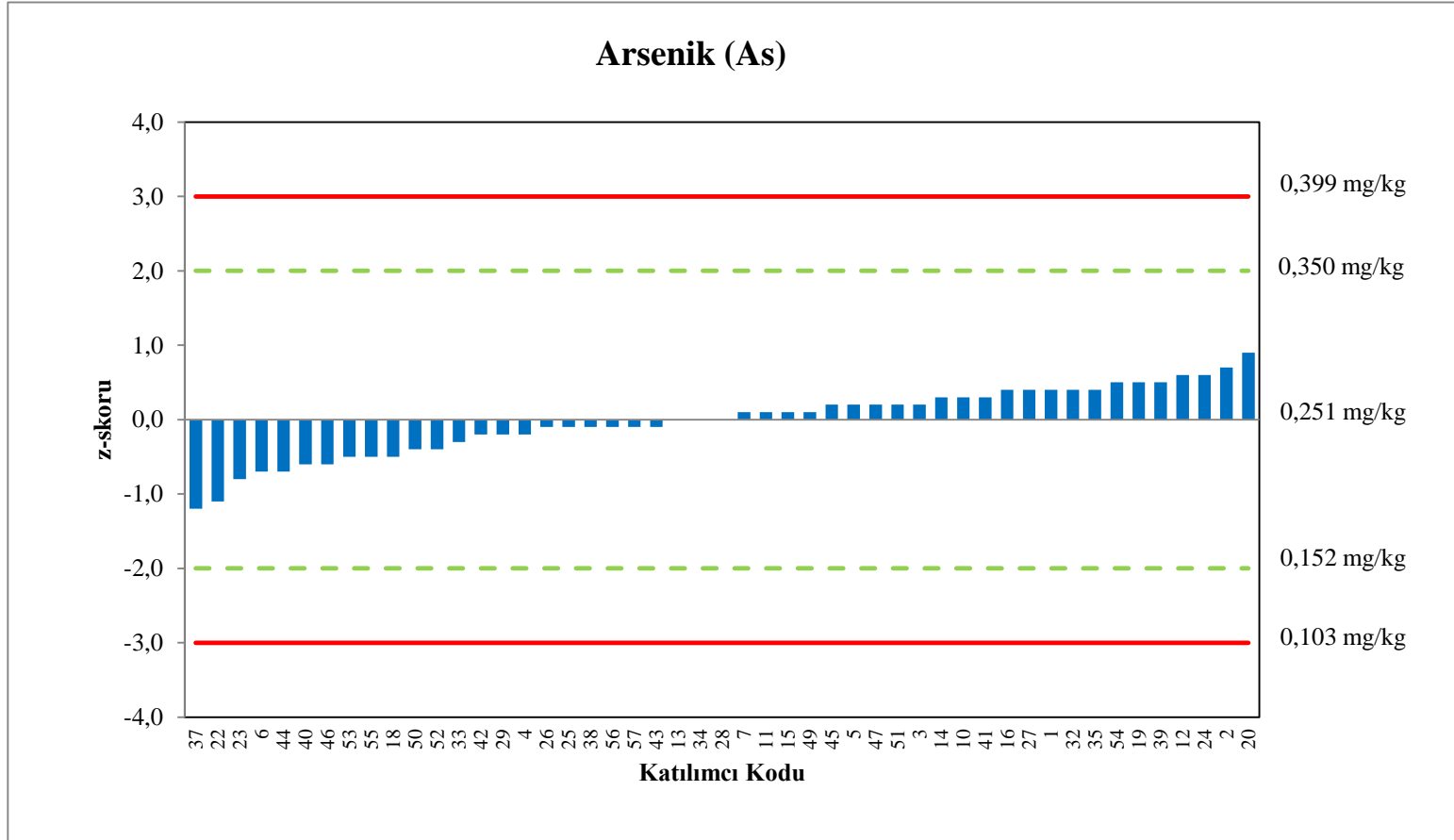
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)	
	Atanmış Değer	0,224 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,105(mg/kg)	Atanmış Değer	0,251(mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
38	0,21	-0,3	0,087	-0,8	0,245	-0,1
39	0,221	-0,1	0,12	0,6	0,278	0,5
40	0,24	0,4	0,08	-1,1	0,22	-0,6
41	0,211	-0,3	0,093	-0,5	0,268	0,3
42	0,21	-0,3	0,104	0,0	0,241	-0,2
43	0,294	1,6	0,123	0,8	0,247	-0,1
44	0,234	0,2	0,103	-0,1	0,217	-0,7
45	0,21	-0,3	0,11	0,2	0,259	0,2
46	0,229	0,1	0,097	-0,3	0,222	-0,6
47	0,24	0,4	0,12	0,6	0,26	0,2
48	0,216	-0,2	0,108	0,1	Sonuç bildirmedi	
49	0,245	0,5	0,112	0,3	0,258	0,1
50	0,26	0,8	0,11	0,2	0,23	-0,4
51	0,24	0,4	0,11	0,2	0,26	0,2
52	0,178	-1,0	0,073	-1,4	0,231	-0,4
53	0,22	-0,1	0,107	0,1	0,225	-0,5
54	0,23	0,1	0,106	0,0	0,274	0,5
55	0,224	0,0	0,105	0,0	0,225	-0,5
56	0,234	0,2	0,103	-0,1	0,246	-0,1
57	0,253	0,6	0,108	0,1	0,246	-0,1
58	0,226	0,0	0,097	-0,3	Sonuç bildirmedi	
59	0,231	0,2	0,121	0,7	Sonuç bildirmedi	



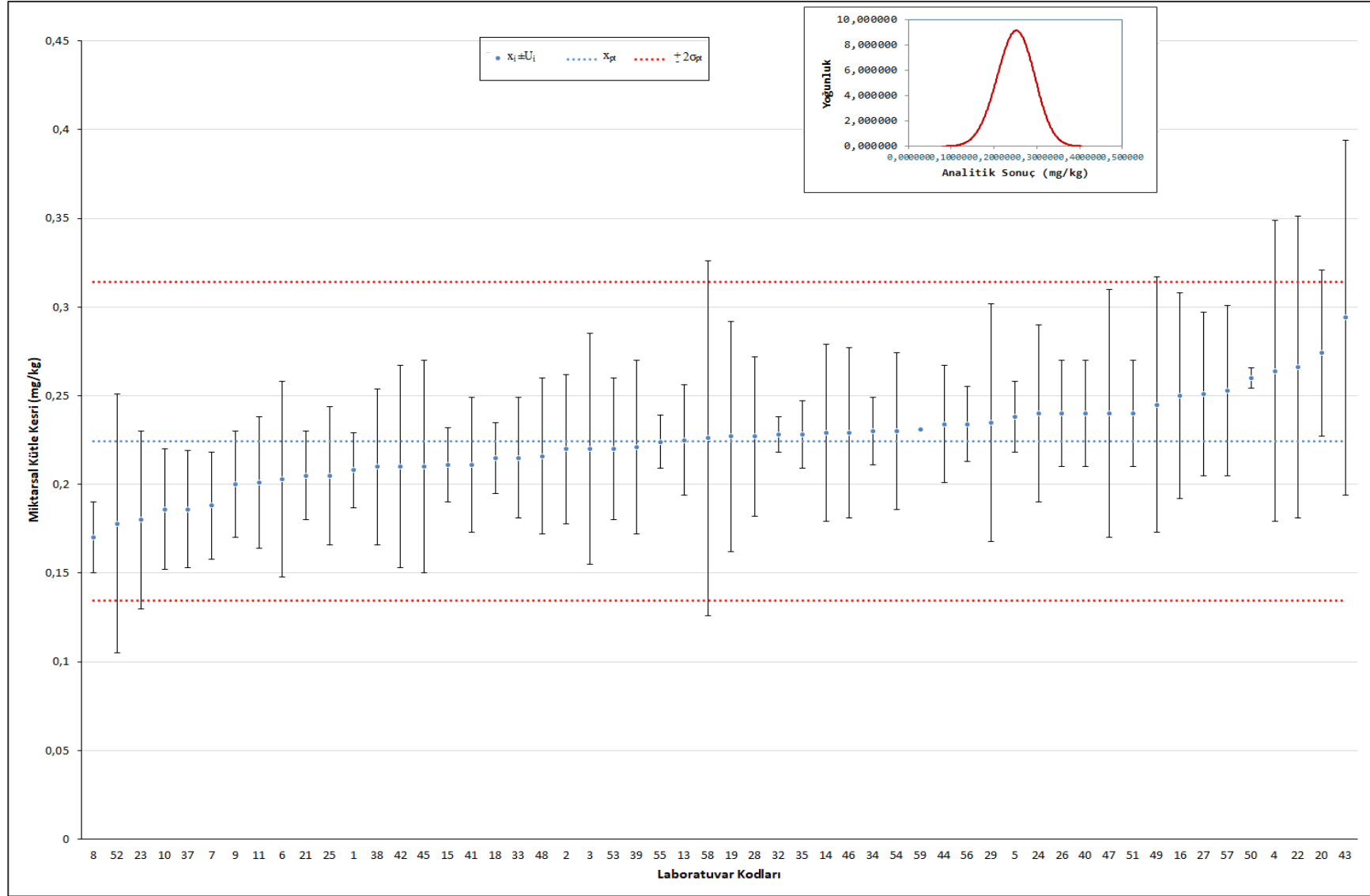
Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları histogramı



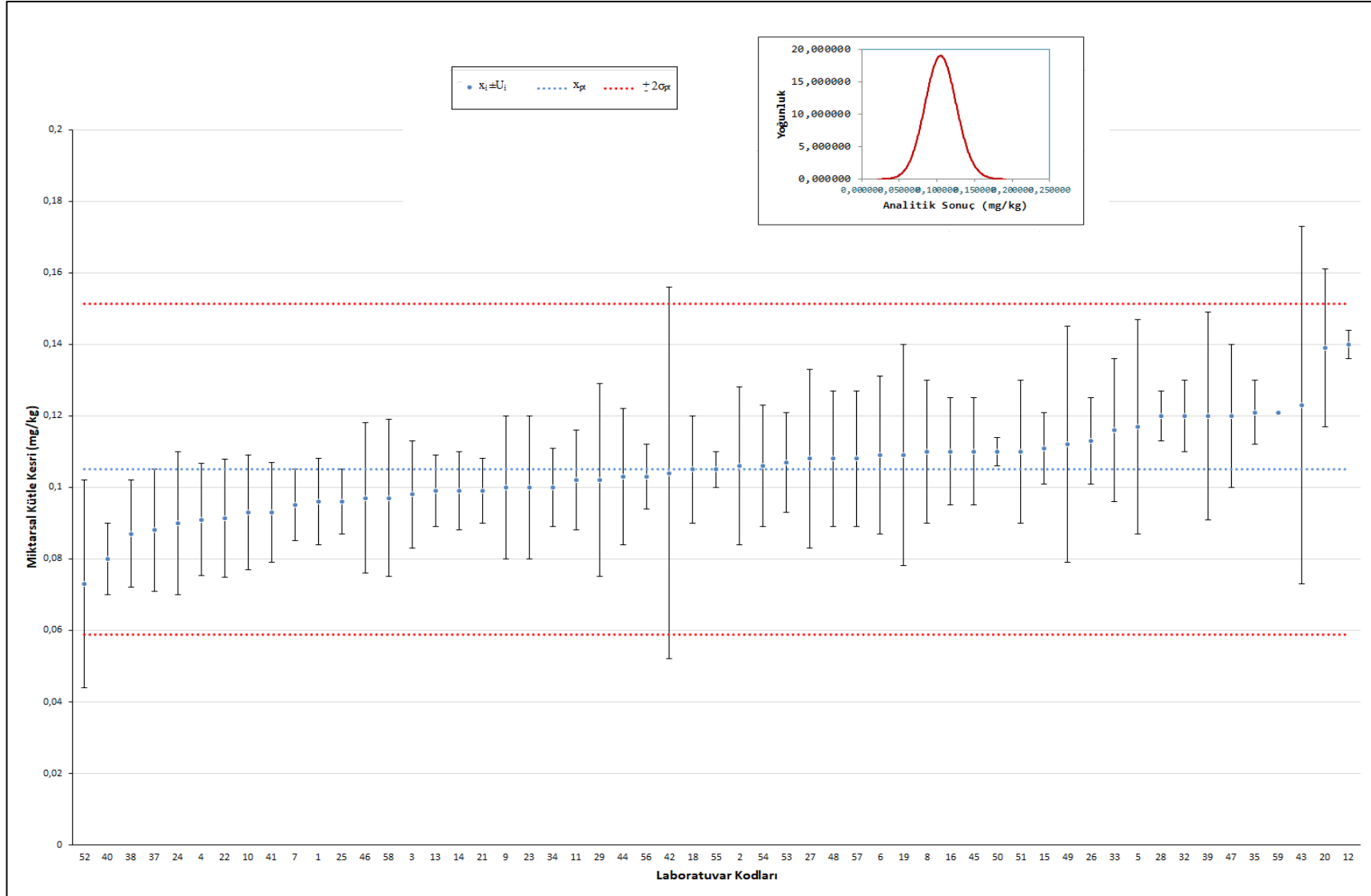
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorumları histogramı



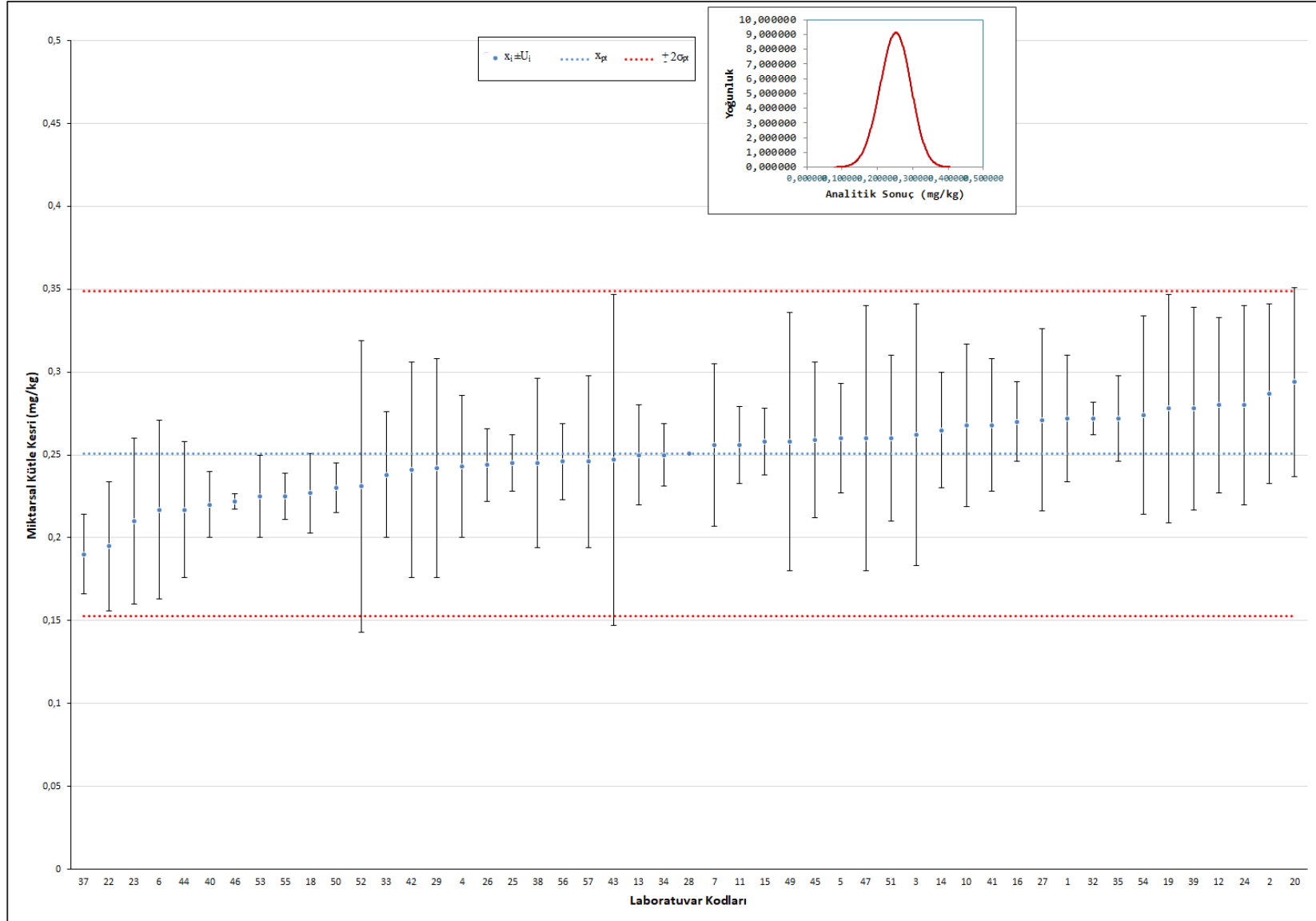
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları histogramı



Şekil 4. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği



Şekil 5. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği



Şekil 6. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

5.4.2. zeta-skorları

MİN011 Kakao tozu Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) analizi yeterlilik testinde, katılımcılardan her bir analite ait ölçüm belirsizliği istenmiş ve ölçüm belirsizliği performans değerlendirmesi yapılarak zeta skorları hesaplanmıştır. Analitlere ilişkin ait ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları, standart ölçüm belirsizlikleri u_{\min} ve u_{\max} değerleri ile birlikte uygun olmayan sonuçların değerlendirilmesi Kurşun (Pb) için Tablo 7’de Kadmiyum (Cd) için Tablo 8’de, Arsenik (As) için Tablo 9’da verilmektedir.

Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,224 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min}=0,004$)	$u(x_i) > u_{\max}$ ($u_{\max}=0,033$)	Değerlendirme
1	0,208	0,021	10,1	0,011	-0,4	-1,5	HAYIR	HAYIR	
2	0,220	0,042	19,1	0,021	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
3	0,220	0,065	29,5	0,033	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
4	0,264	0,085	32,1	0,042	0,9	0,9	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
5	0,238	0,020	8,4	0,010	0,3	1,3	HAYIR	HAYIR	
6	0,203	0,055	27,1	0,028	-0,5	-0,8	HAYIR	HAYIR	
7	0,188	0,030	16,0	0,015	-0,8	-2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
8	0,170	0,020	11,8	0,010	-1,2	-5,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
9	0,200	0,030	15,0	0,015	-0,5	-1,6	HAYIR	HAYIR	
10	0,186	0,034	18,3	0,017	-0,9	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
11	0,201	0,037	18,4	0,019	-0,5	-1,2	HAYIR	HAYIR	
12	Sonuç bildirmedir								
13	0,225	0,031	13,8	0,016	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
14	0,229	0,050	21,8	0,025	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
15	0,211	0,021	10,0	0,011	-0,3	-1,2	HAYIR	HAYIR	
16	0,250	0,058	23,2	0,029	0,6	0,9	HAYIR	HAYIR	
17	Sonuç bildirmedir								
18	0,215	0,020	9,3	0,010	-0,2	-0,9	HAYIR	HAYIR	
19	0,227	0,065	28,6	0,033	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,224 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ($u_{\min} = 0,004$)	$(\bar{x}_i) > u_{\max}$ ($u_{\max} = 0,033$)	Değerlendirme
20	0,274	0,047	17,2	0,024	1,1	2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
21	0,205	0,025	12,2	0,013	-0,4	-1,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
22	0,266	0,085	32,0	0,043	0,9	1,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
23	0,180	0,050	27,8	0,025	-1,0	-1,7	HAYIR	HAYIR	
24	0,240	0,050	20,8	0,025	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
25	0,205	0,039	19,0	0,020	-0,4	-1,0	HAYIR	HAYIR	
26	0,240	0,030	12,5	0,015	0,4	1,0	HAYIR	HAYIR	
27	0,251	0,046	18,3	0,023	0,6	1,1	HAYIR	HAYIR	
28	0,227	0,045	19,8	0,023	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
29	0,235	0,067	28,5	0,034	0,2	0,3	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
30	Sonuç bildirmedi								
31	Sonuç bildirmedi								
32	0,228	0,010	4,4	0,005	0,1	0,6	HAYIR	HAYIR	
33	0,215	0,034	15,8	0,017	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
34	0,230	0,019	8,3	0,010	0,1	0,6	HAYIR	HAYIR	
35	0,228	0,019	8,3	0,010	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
36	Sonuç bildirmedi								
37	0,186	0,033	17,7	0,017	-0,9	-2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden saptasının fazla olduğunu göstermektedir.
38	0,210	0,044	21,0	0,022	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	
39	0,221	0,049	22,2	0,025	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
40	0,240	0,030	12,5	0,015	0,4	1,0	HAYIR	HAYIR	
41	0,211	0,038	18,0	0,019	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
42	0,210	0,057	27,1	0,029	-0,3	-0,5	HAYIR	HAYIR	
43	0,294	0,100	34,0	0,050	1,6	1,4	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
44	0,234	0,033	14,1	0,017	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
45	0,210	0,060	28,6	0,030	-0,3	-0,5	HAYIR	HAYIR	
46	0,229	0,048	21,0	0,024	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
47	0,240	0,070	29,2	0,035	0,4	0,4	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
48	0,216	0,044	20,4	0,022	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
49	0,245	0,072	29,4	0,036	0,5	0,6	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,224 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,004$)	$(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,033$)	Değerlendirme
50	0,260	0,006	2,2	0,003	0,8	7,5	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
51	0,240	0,030	12,5	0,015	0,4	1,0	HAYIR	HAYIR	
52	0,178	0,073	41,0	0,037	-1,0	-1,3	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
53	0,220	0,040	18,2	0,020	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
54	0,230	0,044	19,1	0,022	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
55	0,224	0,015	6,7	0,008	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
56	0,234	0,021	9,0	0,011	0,2	0,9	HAYIR	HAYIR	
57	0,253	0,048	19,0	0,024	0,6	1,2	HAYIR	HAYIR	
58	0,226	0,100	44,2	0,050	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
59	0,231	Ölçüm belirsizliği sonucu bildirmedir.							Katılımcı analit için metot validasyon & verifikasyon ve ölçüm belirsizliği raporlarını henüz hazırlamadığı için ölçüm belirsizliği değerini bildirmemiştir.

Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,105 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,017$)	Değerlendirme
1	0,096	0,012	12,5	0,006	-0,4	-1,4	HAYIR	HAYIR	
2	0,106	0,022	20,8	0,011	0,0	0,1	HAYIR	HAYIR	
3	0,098	0,015	15,3	0,008	-0,3	-0,9	HAYIR	HAYIR	
4	0,091	0,016	17,1	0,008	-0,6	-1,7	HAYIR	HAYIR	
5	0,117	0,030	25,6	0,015	0,5	0,8	HAYIR	HAYIR	
6	0,109	0,022	20,2	0,011	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	
7	0,095	0,010	10,5	0,005	-0,4	-1,9	HAYIR	HAYIR	
8	0,110	0,020	18,2	0,010	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	
9	0,100	0,020	20,0	0,010	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
10	0,093	0,016	17,2	0,008	-0,5	-1,5	HAYIR	HAYIR	
11	0,102	0,014	13,7	0,007	-0,1	-0,4	HAYIR	HAYIR	
12	0,140	0,004	2,9	0,002	1,5	12,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
13	0,099	0,010	10,1	0,005	-0,3	-1,1	HAYIR	HAYIR	
14	0,099	0,011	11,1	0,006	-0,3	-1,0	HAYIR	HAYIR	
15	0,111	0,010	9,0	0,005	0,3	1,1	HAYIR	HAYIR	
16	0,110	0,015	13,6	0,008	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
17	Sonuç bildirmedir								

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,105 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min} = 0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max} = 0,017$)	Değerlendirme
18	0,105	0,015	14,3	0,008	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
19	0,109	0,031	28,4	0,016	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
20	0,139	0,022	15,8	0,011	1,5	3,0	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
21	0,099	0,009	9,1	0,005	-0,3	-1,2	HAYIR	HAYIR	
22	0,091	0,016	18,0	0,008	-0,6	-1,6	HAYIR	HAYIR	
23	0,100	0,020	20,0	0,010	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
24	0,090	0,020	22,2	0,010	-0,7	-1,5	HAYIR	HAYIR	
25	0,096	0,009	9,4	0,005	-0,4	-1,8	HAYIR	HAYIR	
26	0,113	0,012	10,6	0,006	0,3	1,3	HAYIR	HAYIR	
27	0,108	0,025	23,1	0,013	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
28	0,120	0,007	5,8	0,004	0,6	3,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
29	0,102	0,027	26,5	0,014	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
30	Sonuç bildirmedi								
31	Sonuç bildirmedi								
32	0,120	0,010	8,3	0,005	0,6	2,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
33	0,116	0,020	17,2	0,010	0,5	1,1	HAYIR	HAYIR	
34	0,100	0,011	11,0	0,006	-0,2	-0,9	HAYIR	HAYIR	
35	0,121	0,009	7,4	0,005	0,7	3,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
36	Sonuç bildirmedi								
37	0,088	0,017	19,3	0,009	-0,7	-2,0	HAYIR	HAYIR	
38	0,087	0,015	17,2	0,008	-0,8	-2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
39	0,120	0,029	24,2	0,015	0,6	1,0	HAYIR	HAYIR	
40	0,080	0,010	12,5	0,005	-1,1	-4,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
41	0,093	0,014	15,1	0,007	-0,5	-1,7	HAYIR	HAYIR	
42	0,104	0,052	50,0	0,026	0,0	0,0	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
43	0,123	0,050	40,7	0,025	0,8	0,7	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
44	0,103	0,019	18,4	0,010	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
45	0,110	0,015	13,6	0,008	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
46	0,097	0,021	21,6	0,011	-0,3	-0,8	HAYIR	HAYIR	
47	0,120	0,020	16,7	0,010	0,6	1,5	HAYIR	HAYIR	
48	0,108	0,019	17,6	0,010	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,105 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,002$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,017$)	Değerlendirme
49	0,112	0,033	29,5	0,017	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
50	0,110	0,004	3,6	0,002	0,2	1,8	HAYIR	HAYIR	
51	0,110	0,020	18,2	0,010	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	
52	0,073	0,029	39,7	0,015	-1,4	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
53	0,107	0,014	13,1	0,007	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
54	0,106	0,017	16,0	0,009	0,0	0,1	HAYIR	HAYIR	
55	0,105	0,005	4,8	0,003	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
56	0,103	0,009	8,7	0,005	-0,1	-0,4	HAYIR	HAYIR	
57	0,108	0,019	17,6	0,010	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
58	0,097	0,022	22,7	0,011	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
59	0,121	Ölçüm belirsizliği sonucu bildirmemi.							Katılımcı analit için metot validasyon & verifikasyon ve ölçüm belirsizliği raporlarını henüz hazırlamadığı için ölçüm belirsizliği değerini bildirmemiştir.

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,251 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,004$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,035$)	Değerlendirme
1	0,272	0,038	14,0	0,019	0,4	1,1	HAYIR	HAYIR	
2	0,287	0,054	18,8	0,027	0,7	1,3	HAYIR	HAYIR	
3	0,262	0,079	30,2	0,040	0,2	0,3	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
4	0,243	0,043	17,7	0,021	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
5	0,260	0,033	12,7	0,017	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	
6	0,217	0,054	24,9	0,027	-0,7	-1,2	HAYIR	HAYIR	
7	0,256	0,049	19,1	0,025	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
8	Sonuç bildirmemi								
9	Sonuç bildirmemi								
10	0,268	0,049	18,3	0,025	0,3	0,7	HAYIR	HAYIR	
11	0,256	0,023	9,0	0,012	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
12	0,280	0,053	18,9	0,027	0,6	1,1	HAYIR	HAYIR	
13	0,250	0,030	12,0	0,015	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
14	0,265	0,035	13,2	0,018	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
15	0,258	0,020	7,8	0,010	0,1	0,6	HAYIR	HAYIR	
16	0,270	0,024	8,9	0,012	0,4	1,5	HAYIR	HAYIR	
17	Sonuç bildirmemi								
18	0,227	0,024	10,6	0,012	-0,5	-1,9	HAYIR	HAYIR	
19	0,278	0,069	24,8	0,035	0,5	0,8	HAYIR	HAYIR	

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,251 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,004)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 0,035)	Değerlendirme
20	0,294	0,057	19,4	0,029	0,9	1,5	HAYIR	HAYIR	
21	Sonuç bildirmedi								
22	0,195	0,039	20,0	0,020	-1,1	-2,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
23	0,210	0,050	23,8	0,025	-0,8	-1,6	HAYIR	HAYIR	
24	0,280	0,060	21,4	0,030	0,6	1,0	HAYIR	HAYIR	
25	0,245	0,017	6,9	0,009	-0,1	-0,6	HAYIR	HAYIR	
26	0,244	0,022	9,0	0,011	-0,1	-0,6	HAYIR	HAYIR	
27	0,271	0,055	20,3	0,028	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
28	0,251	Ölçüm belirsizliği sonucu bildirmedi.							Katılımcı analit için metot validasyon & verifikasyon ve ölçüm belirsizliği raporlarını henüz hazırlamadığı için ölçüm belirsizliği değerini bildirmemiştir.
29	0,242	0,066	27,3	0,033	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
30	Sonuç bildirmedi								
31	Sonuç bildirmedi								
32	0,272	0,010	3,7	0,005	0,4	3,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
33	0,238	0,038	16,0	0,019	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
34	0,250	0,019	7,6	0,010	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
35	0,272	0,026	9,6	0,013	0,4	1,5	HAYIR	HAYIR	
36	Sonuç bildirmedi								
37	0,190	0,024	12,6	0,012	-1,2	-4,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
38	0,245	0,051	20,8	0,026	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
39	0,278	0,061	21,9	0,031	0,5	0,9	HAYIR	HAYIR	
40	0,220	0,020	9,1	0,010	-0,6	-2,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
41	0,268	0,040	14,9	0,020	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
42	0,241	0,065	27,0	0,033	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
43	0,247	0,100	40,5	0,050	-0,1	-0,1	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
44	0,217	0,041	18,9	0,021	-0,7	-1,6	HAYIR	HAYIR	
45	0,259	0,047	18,1	0,024	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
46	0,222	0,005	2,0	0,002	-0,6	-6,1	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
47	0,260	0,080	30,8	0,040	0,2	0,2	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
48	Sonuç bildirmedi								
49	0,258	0,078	30,2	0,039	0,1	0,2	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Arsenik (As) Atanmış Değer = 0,251 mg/kg									
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min}=0,004$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max}=0,035$)	Değerlendirme
50	0,230	0,015	6,5	0,008	-0,4	-2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
51	0,260	0,050	19,2	0,025	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	
52	0,231	0,088	38,1	0,044	-0,4	-0,5	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
53	0,225	0,025	11,1	0,013	-0,5	-2,0	HAYIR	HAYIR	
54	0,274	0,060	21,9	0,030	0,5	0,8	HAYIR	HAYIR	
55	0,225	0,014	6,2	0,007	-0,5	-3,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
56	0,246	0,023	9,3	0,012	-0,1	-0,4	HAYIR	HAYIR	
57	0,246	0,052	21,1	0,026	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
58	Sonuç bildirmedir								
59	Sonuç bildirmedir								

Tablo 10. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
11	Bu teste Hg ilave edilmesi mümkünse, daha sonraki yıllarda birlikte olmasını isteriz.
39	Katılımcı kodu: 39

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN011’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcılar tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 11, 12 ve 13’de sunulmaktadır.

Tablo 11. Kurşun (Pb) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	16	19	20	21
	22	23	24	25	26	27	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42
	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58		
Hayır	15	28	43	59													

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	13	14	15	16	19	21	22
	23	24	25	26	27	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42	43
	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	57	58				
İşletme-içi (In-house)	8	20	28	52	56												
Teknik Talimat	59																

Metot Adı

NMKL 186	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	22	23	24	25	26
	29	32	35	40	42	43	44	45	47	49	53	56	57				
NMKL 186,191	20																
NMKL 161	9	13	21	28	33	34	37	38	41	48	50	51	54	55	58		
TS EN 15763	39																
TS 3606	52																
BS EN 15550	46																
AOAC 999.10	27																
Diğer	8																
Belirtilmemiş	1	59															

Numune Miktarı

<1	1	2	3	4	5	6	7	8	10	11	13	14	15	16	19	20	21
	22	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41
	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58
	59																
1<-<2	9																

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	15	16	19	20
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40
	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57
	58	59															

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	2	3	6	8	9	10	11	13	15	16	19	20	21	24	25	26	27
	28	29	33	34	38	42	43	44	46	47	48	49	50	52	55	58	59
HNO ₃	1	5	22	23	32	35	37	39	40	41	45	51	53	54	56	57	
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	4	7	14														

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	3	4	5	6	7	8	9	10	11	14	15	16	19	20	22	23
	24	25	26	28	29	32	35	37	39	40	42	43	44	45	46	47	49
	52	53	56	57	59												
Pd	21	27	55														
Mg(NO ₃) ₂ +Pd	13																
NH ₄ H ₂ PO ₄	33	34	38	41	48	50	51	58									
Diğer	2	54															

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	20	22	23	24
	25	26	29	32	35	39	40	42	43	44	45	47	49	52	53	59	
ICP-OES	8	9	28	37	57												
Grafit Fırın-AAS	13	21	27	33	34	38	41	46	48	50	51	54	55	58			
Alev-AAS	56																

Dalga Boyu (nm)

217,0	50	54															
220,3	8	9	37	57													
283,3	13	21	27	33	34	38	41	46	48	51	56	58					
Belirtilmemiş	55																
Diğer	28																

Kütle (amu)

206	40	59															
208	1	4	5	6	10	14	15	16	19	20	22	24	25	26	29	39	44
	45	47	49	52	53												
206,207,208	3	7	11	35													
Belirtilmemiş	2	23	32	42													
Diğer	43																

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	1	2	3	4	6	11	13	14	15	20	22	29	33	35	47	48	49
	50	51	53	56	58												
≥0,01-<0,1	5	7	8	9	10	16	19	21	24	25	26	27	28	32	34	37	38
	39	40	41	42	43	44	45	52	55								
≥0,1-<1	46	57															
Belirtilmemiş	23																
Diğer	54	59															

Tablo 12. Kadmiyum (Cd) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	16	20	21
	22	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41
	42	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	
Hayır	15	19	43	59													

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	13	14	15	16	19	21	22
	23	24	25	26	27	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42	43
	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	57	58				
İşletme-içi (In-house)	8	12	20	28	52	56											
Teknik Talimat	59																

Metot Adı

NMKL 186	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	22	23	24	25	26
	29	32	35	40	42	43	44	45	47	49	53	57					
NMKL 186,191	20																
NMKL 161	9	13	21	28	33	34	37	38	41	48	50	51	54	55	56	58	
TS EN 15763	39																
TS 3606	52																
BS EN 15550	46																
AOAC 999.10	27																
J.AOAC.Int. 2000	12																
Diğer	8																
Belirtilmemiş	1	59															

Numune Miktarı

<1	1	2	3	4	5	6	7	8	10	11	12	13	14	15	16	19	20
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40
	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57
	58	59															
1≤<2	9																

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	19
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39
	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56
	57	58	59														

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	2	3	6	8	9	10	11	13	15	16	19	20	21	24	25	26	27
	28	29	33	34	38	42	43	44	46	47	48	49	50	52	55	58	59
HNO ₃	1	5	12	22	23	32	35	37	39	40	41	45	51	53	54	56	57
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	4	7	14														

Matriks Düzenlevici (Modifier)

Kullanılmamış	1	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	15	16	19	20	22
	23	24	25	26	28	29	32	34	35	37	38	39	40	41	42	43	44
	45	46	47	49	52	53	56	57	59								
Pd	27	33	51	55													
Mg(NO ₃) ₂ +Pd	13																
NH ₄ H ₂ PO ₄	21	48	50	58													
Diğer	2	54															

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	20	22	23	24
	25	26	29	32	35	39	40	42	43	44	45	47	49	52	53	59	
ICP-OES	8	9	12	28	37	56	57										
Grafit Fırın-AAS	13	21	27	33	34	38	41	46	48	50	51	54	55	58			

Dalga Boyu (nm)

214,4	57																
228,8	8	9	12	13	21	27	33	34	37	38	41	46	48	50	51	54	58
Belirtilmemiş	55																
Diğer	28	56															

Kütle (amu)

111	1	3	4	5	6	7	10	11	14	16	19	20	22	24	25	26	29
	35	39	40	44	45	47	49	52	53								
112	15	59															
Belirtilmemiş	2	23	32	42													
Diğer	43																

Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	1	2	3	4	6	11	13	14	15	16	20	22	28	29	34	35	42
	44	47	48	49	50	51	53	56	58								
≥0,01-<0,1	5	7	8	9	10	19	21	24	25	26	27	32	37	38	39	40	41
	43	45	52	55	57												
≥0,1-<1	12	46															
Belirtilmemiş	23	59															
Diğer	33	54															

Tablo 13. Arsenik (As) elementi için katılımcı analiz bilgileri**Akredite Metot**

Evet	1	2	3	4	5	6	7	10	11	12	13	14	16	20	22	23	24
	25	26	27	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42	44	45	46
	47	49	50	51	52	53	54	55	56	57							
Hayır	15	19	28	43													

Metot Kaynağı

Uluslararası Standart	1	2	3	4	5	6	7	10	11	13	14	15	16	19	22	23	24
	25	26	27	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42	43	44	45
	47	49	51	53	54	55	57										
İşletme-içi (In-house)	12	20	28	52	56												
Ulusal Standart	46	50															

Metot Adı

NMKL 186	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	22	23	24	25	26
	29	32	35	40	42	43	44	45	47	49	53	57					
NMKL 186,191	20																
NMKL 161	28	33	37	38													
NMKL 166	13	34	41	51	54	55	56										
TS EN 15763	39																
TS 3606	52																
BS EN 14627	27	46															
J.AOAC.Int. 2000	12																
Diğer	50																
Belirtilmemiş	1																

Numune Miktarı

<1	1	2	3	4	5	6	7	10	11	12	13	14	15	16	19	20	22
	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42
	43	44	45	46	47	49	50	51	52	53	54	55	56	57			

Numune Hazırlama

Mikrodalga Yakma	1	2	3	4	5	6	7	10	11	12	13	14	15	16	19	20	22
	23	24	25	26	27	28	29	32	33	34	35	37	38	39	40	41	42
	43	44	45	46	47	49	50	51	52	53	54	55	56	57			

Numune Hazırlamada Kullanılan Kimyasallar

HNO ₃ +H ₂ O ₂	2	3	6	10	11	13	15	16	19	20	24	25	26	27	28	29	33
	34	38	42	43	44	46	47	49	50	52	55						
HNO ₃	1	5	12	22	23	32	35	37	39	40	41	45	51	53	54	56	57
HNO ₃ +HCl+H ₂ O ₂	4	7	14														

Matriks Düzenleyici (Modifier)

Kullanılmamış	1	3	4	5	6	7	10	11	12	13	14	15	16	19	20	22	23
	24	25	26	27	28	29	32	35	37	39	40	42	43	44	45	46	47
	49	52	53	56	57												
Pd	33	34	38	41	51	55											
Diğer	2	50	54														

Kullanılan Cihaz

ICP-MS	1	2	3	4	5	6	7	10	11	14	15	16	19	20	22	23	24
	25	26	29	32	35	39	40	42	43	44	45	47	49	52	53		
ICP-OES	12	28	37	56	57												
Grafit Fırın-AAS	33	34	38	41	51	54	55										
Alev-AAS	27	46															
Diğer	13	50															

Dalga Boyu (nm)

193,695	12	13	37	51	54												
193,7	27	38	46	50	56												
Belirtilmemiş	55	57															
Diğer	28	33	34	41													

Kütle (amu)

75	1	3	4	5	6	7	10	11	14	16	19	20	22	24	25	26	29
	35	39	40	44	45	49	52	53									
74,9	15	47															
Belirtilmemiş	2	23	32	42													
Diğer	43																

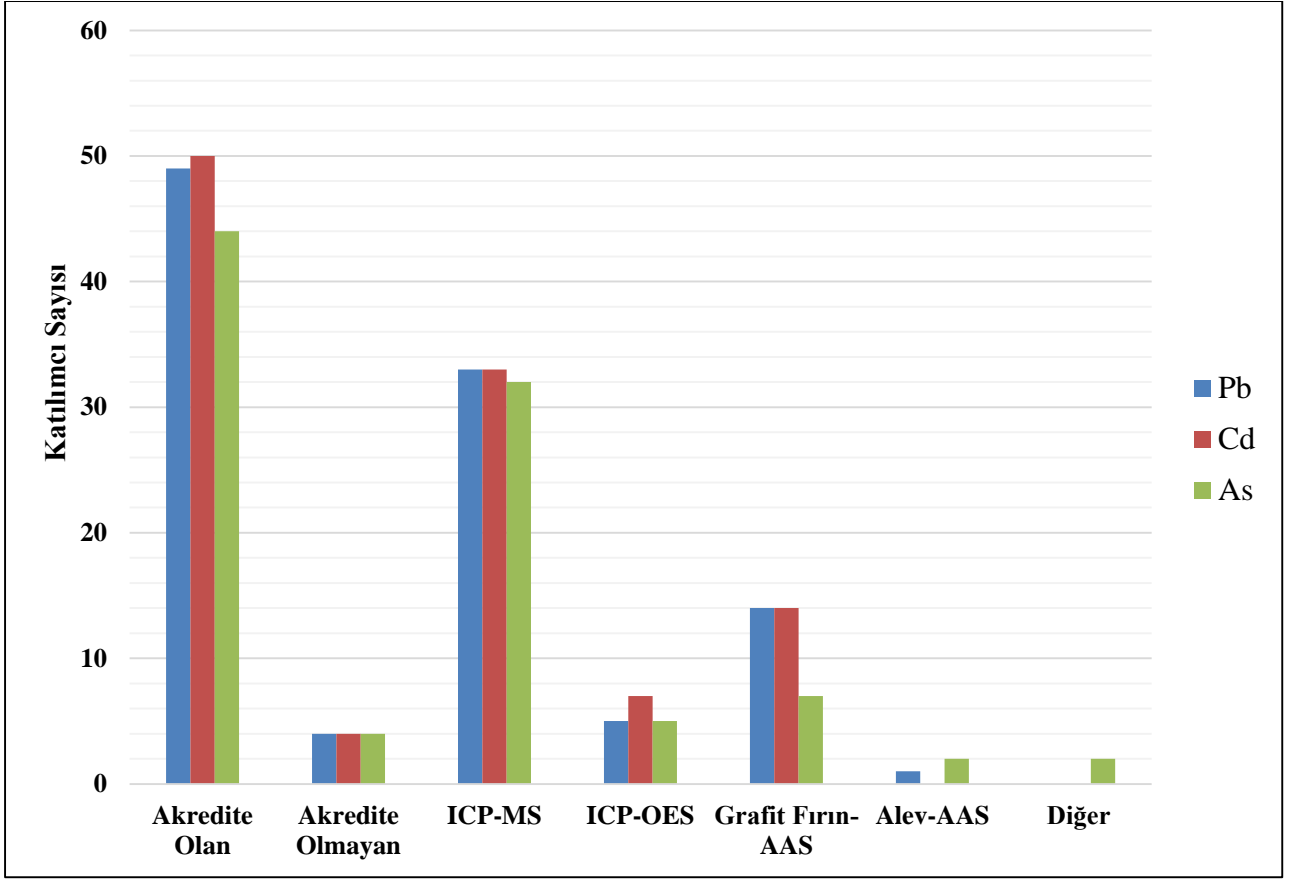
Metot LoQ (mg/kg)

≥0,001-<0,01	1	2	3	4	6	11	13	14	15	22	28	29	33	35	44	47	49
	50	51	54														
≥0,01-<0,1	5	7	10	16	19	20	24	25	26	27	32	37	38	39	40	41	42
	43	45	52	53	56	57											
≥0,1-<1	12	34	46	55													
Belirtilmemiş	23																

7. GÖZLEMLER

Kamu ve özel laboratuvarların başvurusu ile toplam 59 katılımcı ile düzenlenen MİN011 çevrimi sonucunda katılımcıların tamamı z-skoru yönünden başarılıdır (Başarı tüm analitler üzerinden %100'dür). Ancak ölçüm belirsizliği yönünden incelendiğinde zeta-skoru başarı yüzdeleri z-skoru başarı yüzdelerine göre düşüktür. Katılımcıların ölçüm belirsizliği verilerinin değerlendirildiği zeta-skorunda başarı oranının Kurşun (Pb) için %89, Kadmiyum (Cd) için %85 ve Arsenik için %85 olduğu görülmektedir. Zeta skoru yönünden başarısız olan laboratuvarların ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir. Katılımcı laboratuvarların ölçüm belirsizliği sonuçları değerlendirildiğinde bazı katılımcıların kabul edilebilir ölçüm belirsizliğinin çok altında ya da çok üstünde ölçüm belirsizliği değeri bildirdiği görülmüştür. Bu durum analiz sonucunun güvenilirliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Ölçüm belirsizliği analiz sonucunun bileşenlerinden biri olduğu bu parametrenin de kabul edilebilir sınırlar içerisinde olması analiz güvenilirliği için önem arz etmektedir. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabı yapılırken azami özen gösterilmelidir.

Bu çevrimde Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As) analizleri için akredite metot kullanımı ve metoda ilişkin durum özeti, katılımcı sayılarına göre Şekil 7'de verilmektedir. Şekil 7'de görüldüğü üzere katılımcı laboratuvarlarımızın tamamına yakını analizlerde akreditedir. Cihaz olarak en çok ICP-MS kullanılmaktadır. Ülkemizde element analizlerinde ICP-MS teknolojinin kullanımının yaygınlaşması analizlerin güvenilirliği açısından faydalı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7. Katılımcıların metot ve cihaz kullanım durumları

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 Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- 5 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.
- 6 TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev.No:10 -16 Aralık 2019