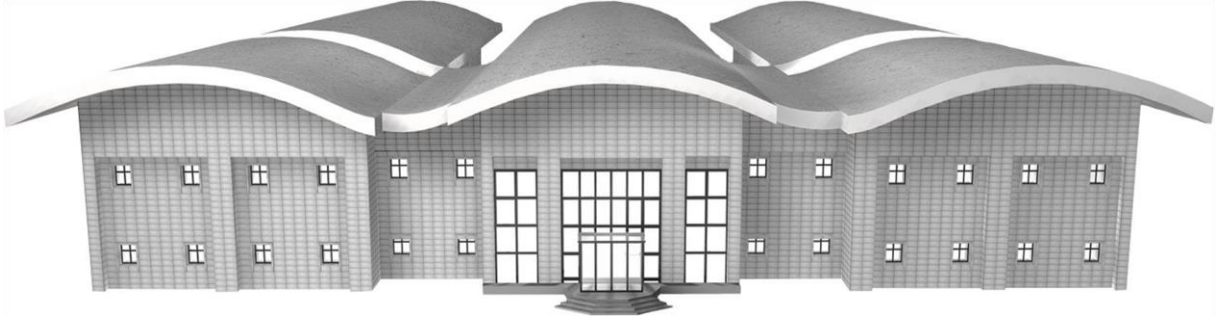




**T.C.**  
**GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĐI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar M¼d¼rl¼ė¼**

**TS EN ISO/IEC 17043/4.8**



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Buėdayda Pestisit Aranması**  
**UGRL YT Raporu-PES009**  
**Ekim-Kasım 2017**

## GENEL BİLGİLER

**YT Çevrimi Adı:** Buğdayda Pestisit Aranması

**YT Çevrimi Kodu:** PES009

**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 03/10/2017

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 03/11/2017

**Rapor Yayın Tarihi:** 01/12/2017

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
H. Merve MANAV  
Pestisit Birimi

  
Fazıl DİLER  
Pestisit Birimi

  
Dr. Özge C. AÇAR  
Pestisit Birimi

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. Özge ÇETİNKAYA AÇAR  
Pestisit Birim Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**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@tarim.gov.tr

**Web:** http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans

**İÇİNDEKİLER**

ÖZET .....	5
1. GİRİŞ .....	7
2. GİZLİLİK.....	7
3. TEST MATERYALİ.....	8
3.1. HAZIRLAMA.....	8
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	8
3.3. DAĞITIM.....	23
4. SONUÇLAR .....	23
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	24
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	24
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	24
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	25
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI .....	26
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	45
7. GÖZLEMLER .....	51
8. REFERANSLAR .....	51

**TABLULAR**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	6
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	11
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme .....	13
Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme.....	18
Tablo 5. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	27
Tablo 6. Atanmış değerler ve yeterlilik standart Sapmaları.....	28
Tablo 7. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	28
Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Azoxystrobin, Carboxin).....	29
Tablo 9. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Chlordane, cis-, Endosulfan-alpha).....	30
Tablo 10. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Flutriafol, HCH-gama (Lindane)).....	31
Tablo 11. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Heptachlor, Pyrimethanil).....	32
Tablo 12. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Tebuconazole, Tralkoxydim).....	33
Tablo 13. Katılımcılar tarafından bildirilen diğer pestisitler ( $> 0,010$ mg/kg).....	34
Tablo 13. Katılımcı yorumları.....	34
Tablo 12. Katılımcı analiz bilgileri.....	45

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Azoxystrobin için z-Skorları Histogramı.....	35
Şekil 2.Carboxin için z-Skorları Histogramı.....	36
Şekil 3. Chlordane, cis- için z-Skorları Histogramı.....	37
Şekil 4. Endosulfan-alpha için z-Skorları Histogramı.....	38
Şekil 5. Flutriafol için z-Skorları Histogramı.....	39
Şekil 6. HCH-gama (Lindane) için z-Skorları Histogramı.....	40
Şekil 7. Heptachlor için z-Skorları Histogramı.....	41
Şekil 8. Pyrimethanil için z-Skorları Histogramı.....	42
Şekil 9.Tebuconazole için z-Skorları Histogramı.....	43
Şekil 10.Tralkoxydim için z-Skorları Histogramı.....	44

**ÖZET**

Buğdayda Pestisit Aranması Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043<sup>1</sup> esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 32 katılımcıya, 03/10/2017 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 100 g blank ve 100 g test materyali (öğütülmüş buğday) gönderilmiştir. Katılımcılardan 205 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Test materyali şu pestisitleri içermektedir: Azoxystrobin, Carboxin, Chlordane, cis-, HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Endosulfan-alpha, Flutriafol, Pyrimethanil, Tebuconazole, Tralkoxydim.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES009 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ ile toplanmıştır. 32 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, test materyalinde yer alan her bir pestisit için atanmış değer ( $X_{pt}$ ), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ), AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı<sup>3</sup> ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılarak hesaplanmıştır.
- 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.
- Buğdayda Pestisit Aranması Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

<b>Analit</b>	<b>Atanmış değer (<math>X_{pt}</math>) (mg/kg)</b>	<b><math> z  \leq 2</math> skor sayısı</b>	<b>Toplam skor sayısı</b>	<b>% <math> z  \leq 2</math></b>
Azoxystrobin	0,352	28	30	93
Carboxin	0,084	25	28	89
Chlordane, cis-	0,056	10	17	59
Endosulfan-alpha	0,146	21	25	84
Flutriafol	0,197	27	29	93
HCH-gama (Lindane)	0,075	24	28	86
Heptachlor	0,048	24	28	86
Pyrimethanil	0,136	25	28	89
Tebuconazole	0,294	27	30	90
Tralkoxydim	0,061	27	29	93

## 1. GİRİŞ

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

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

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” ‘in kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

## 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 hazırlanmasında 9 kg buğday kullanılmıştır. Temin edilen organik buğday analiz edilmiş ve 0,010 mg/kg raporlama limitine göre içerisinde herhangi bir pestisit kalıntısı tespit edilmemiştir. Buğdayın 4 kg'ı blank olarak kullanılmak üzere ayrılmış, kalan 5 kg buğday test materyali hazırlanmasında kullanılmıştır. Blank olarak gönderilecek buğday öğütücüye alınarak öğütülmüştür. Test materyali hazırlanmasında kullanılacak olan buğdaya spike yapmak üzere, 10 farklı pestisit (Azoxystrobin, Carboxin, Chlordane,cis-, Endosulfan-alpha, Flutriafol, HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Pyrimethanil, Tebuconazole, Tralkoxydim) içeren miks standart çözeltisi (spike çözeltisi) hazırlanmıştır. Buğday paletli karıştırıcıya alınarak, öğütülmeden, metanolde hazırlanan miks standart çözeltisi (spike çözeltisi) ile spreyleme yöntemi ile spike yapılmıştır. Homojen spike yapılabilmesi için spike çözeltisi hacmi yüksek tutulmuş ve buğdayın tamamının ıslanması sağlanmıştır. Homojenizasyon sağlanması ve çözücünün tamamen uçması için materyal paletli karıştırıcıda yaklaşık 4 saat boyunca karıştırılmıştır. Çözücüsü tamamen uzaklaşan ve yeniden kuru hale gelen buğday, daha sonra öğütücüye alınarak öğütülmüş ve karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan blank ve test materyali, yeterlilik test kaplarına en az 100'er g olacak şekilde aktarılarak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C'de muhafaza edilmiştir.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler LC/MS/MS (Azoxystrobin, Carboxin, Flutriafol, Tebuconazole, Tralkoxydim) ve GC/MS/MS (Chlordane, cis-, Endosulfan-alpha, HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Pyrimethanil) cihazları ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açısından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatistiksel değerlendirmede  $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.  $\sigma_{pt}$  hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı<sup>3</sup> ile tüm laboratuvarlar tarafından



raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Homojenlik testi için  $\sigma_{pt}$ , 0,25 relatif standart sapma değerinin homojenlik testi ortalaması ile çarpılması ile elde edilmiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Yeterlilik testi sırasında farklı zamanlarda üçer örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması ( $\bar{y}$ ) ile homojenlik testi verilerinden seçilen üç örneğe ait iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması ( $\bar{x}$ ) arasındaki farka bakılmış ve  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir.  $\sigma_{pt}$  değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır.

Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi, yeterlilik test materyali kargo iletim günü, yeterlilik testi çevrimi ortası ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerden kargo iletim günü gerçekleştirilen deneyde analiz edilen örnekler, yeterlilik test materyallerinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkarılarak kargonun teslim edilmesi için geçen en uzun süre boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş örneklerdir. Bunun dışındaki örnekler -20 °C’de muhafaza edilmiş ve kararlılık testi yapılacağı gün oda sıcaklığına çıkarılarak analiz edilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Kararlılık testi verileri ayrıca F-testi ile de değerlendirilerek, çevrim süresi boyunca pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasında oluşan farkın istatistiksel olarak önemli olup olmadığı kontrol edilmiştir. Varyans analizinin kontrol ve karşıt hipotezleri şöyledir:

$H_0$ : Pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

$H_1$ : En az iki örneğin, pestisit konsantrasyonu bakımından aralarındaki fark tesadüften ileri gelmemektedir.

Varyans analizi sonuçları incelendiğinde, F değerlerinin  $F_{kritik}$  değerlerinden küçük olduğu görülmüştür, dolayısıyla  $H_0$  hipotezi kabul edilir. Pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te, kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları ise Tablo 4'te verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (Azoxystrobin, Carboxin, Chlordane,cis-, Endosulfan-alpha, Flutriafol)

Sıra no	Azoxystrobin (mg/kg)		Carboxin (mg/kg)		Chlordane, cis- (mg/kg)		Endosulfan-alpha (mg/kg)		Flutriafol (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,435	0,402	0,108	0,105	0,049	0,042	0,139	0,127	0,196	0,186
2	0,394	0,376	0,097	0,094	0,044	0,045	0,136	0,127	0,178	0,174
3	0,449	0,408	0,100	0,098	0,049	0,045	0,125	0,131	0,178	0,178
4	0,404	0,393	0,102	0,099	0,043	0,048	0,139	0,132	0,184	0,187
5	0,372	0,320	0,094	0,084	0,042	0,037	0,122	0,118	0,174	0,158
6	0,358	0,341	0,090	0,085	0,040	0,037	0,116	0,138	0,172	0,161
7	0,382	0,351	0,095	0,086	0,041	0,040	0,118	0,114	0,176	0,157
8	0,340	0,386	0,085	0,098	0,037	0,040	0,114	0,125	0,159	0,180
9	0,351	0,328	0,095	0,081	0,042	0,043	0,113	0,117	0,162	0,158
10	0,379	0,357	0,094	0,092	0,041	0,044	0,121	0,128	0,176	0,174
11	0,367	0,359	0,091	0,088	0,042	0,043	0,117	0,113	0,172	0,163
12	0,370	0,381	0,091	0,093	0,039	0,041	0,130	0,126	0,169	0,177
<b>Ortalama</b>	0,375		0,094		0,042		0,124		0,173	
$\sigma_{pt}$	0,094		0,023		0,011		0,031		0,043	
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik değer)</b>	<b>0,028</b>		<b>0,007</b>		<b>0,003</b>		<b>0,009</b>		<b>0,013</b>	
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,028		0,006		0,003		0,007		0,009	
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,021		0,005		0,003		0,007		0,008	
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	<b>0,024</b>		<b>0,005</b>		<b>0,002</b>		<b>0,005</b>		<b>0,007</b>	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	

**Tablo 2 (devamı).** Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Pyrimethanil, Tebuconazole, Tralkoxydim)

Sıra no	HCH_gama (Lindane) (mg/kg)		Heptachlor (mg/kg)		Pyrimethanil (mg/kg)		Tebuconazole (mg/kg)		Tralkoxydim (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,094	0,088	0,056	0,054	0,138	0,121	0,390	0,408	0,081	0,073
2	0,086	0,088	0,046	0,056	0,138	0,125	0,396	0,394	0,068	0,069
3	0,091	0,090	0,053	0,051	0,138	0,139	0,415	0,412	0,071	0,065
4	0,085	0,091	0,049	0,047	0,139	0,138	0,408	0,397	0,074	0,070
5	0,083	0,076	0,048	0,048	0,127	0,125	0,378	0,332	0,070	0,058
6	0,083	0,080	0,057	0,044	0,123	0,123	0,367	0,362	0,065	0,062
7	0,089	0,083	0,046	0,047	0,132	0,124	0,381	0,361	0,068	0,063
8	0,080	0,087	0,043	0,049	0,127	0,131	0,345	0,387	0,062	0,069
9	0,077	0,077	0,040	0,041	0,123	0,120	0,354	0,365	0,063	0,061
10	0,080	0,082	0,046	0,041	0,129	0,134	0,378	0,385	0,067	0,067
11	0,083	0,082	0,047	0,044	0,121	0,123	0,387	0,357	0,065	0,063
12	0,079	0,090	0,049	0,056	0,129	0,132	0,377	0,403	0,069	0,067
<b>Ortalama</b>	0,084		0,048		0,129		0,381		0,067	
$\sigma_{pt}$	0,021		0,012		0,032		0,095		0,017	
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik değer)</b>	<b>0,006</b>		<b>0,004</b>		<b>0,010</b>		<b>0,029</b>		<b>0,005</b>	
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	0,004		0,004		0,006		0,019		0,004	
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	0,004		0,004		0,005		0,016		0,004	
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	<b>0,003</b>		<b>0,003</b>		<b>0,004</b>		<b>0,015</b>		<b>0,003</b>	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Azoxystrobin, Carboxin)

	Azoxystrobin (mg/kg)							Carboxin (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,449	0,408						0,094	0,084					
Hazırlama	0,358	0,341	0,373	---	0,094	<b>0,028</b>	---	0,090	0,085	0,089	---	0,024	<b>0,007</b>	---
Günü	0,351	0,328						0,091	0,088					
YTM	0,392	0,400						0,097	0,092					
Gönderimi	0,361	0,324	0,368	<b>0,005</b>	0,094	<b>0,028</b>	<b>GEÇER</b>	0,093	0,086	0,093	<b>0,004</b>	0,024	<b>0,007</b>	<b>GEÇER</b>
Öncesi	0,370	0,358						0,095	0,093					
YTM Kargo	0,371	0,346						0,089	0,080					
İletim Günü	0,349	0,342	0,354	<b>0,019</b>	0,094	<b>0,028</b>	<b>GEÇER</b>	0,084	0,081	0,084	<b>0,004</b>	0,024	<b>0,007</b>	<b>GEÇER</b>
(maksimum)	0,381	0,335						0,090	0,082					
YT Çevrimi	0,387	0,399						0,094	0,087					
Ortası	0,338	0,369	0,379	<b>0,006</b>	0,094	<b>0,028</b>	<b>GEÇER</b>	0,093	0,088	0,090	<b>0,001</b>	0,024	<b>0,007</b>	<b>GEÇER</b>
	0,387	0,392						0,093	0,082					
Sonuç Son	0,320	0,323						0,079	0,087					
Bildirim	0,367	0,385	0,349	<b>0,023</b>	0,094	<b>0,028</b>	<b>GEÇER</b>	0,092	0,090	0,087	<b>0,001</b>	0,024	<b>0,007</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	0,395	0,305						0,095	0,082					

**Tablo 3 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Chlordane, cis-, Endosulfan-alpha)

	Chlordane, cis- (mg/kg)							Endosulfan-alpha (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,042	0,037						0,122	0,118					
Hazırlama	0,040	0,037	0,039	---	0,011	<b>0,003</b>	---	0,116	0,138	0,121	---	0,031	<b>0,009</b>	---
Günü	0,037	0,040						0,113	0,117					
YTM	0,045	0,041						0,137	0,129					
Gönderimi	0,042	0,039	0,042	<b>0,003</b>	0,011	<b>0,003</b>	<b>GEÇER</b>	0,129	0,114	0,128	<b>0,008</b>	0,031	<b>0,009</b>	<b>GEÇER</b>
Öncesi	0,041	0,040						0,127	0,133					
YTM Kargo	0,040	0,037						0,128	0,113					
İletim Günü	0,039	0,037	0,039	<b>0,001</b>	0,011	<b>0,003</b>	<b>GEÇER</b>	0,116	0,124	0,120	<b>0,001</b>	0,031	<b>0,009</b>	<b>GEÇER</b>
(maksimum)	0,046	0,037						0,130	0,110					
YT Çevrimi	0,043	0,041						0,127	0,131					
Ortası	0,039	0,041	0,041	<b>0,002</b>	0,011	<b>0,003</b>	<b>GEÇER</b>	0,116	0,135	0,125	<b>0,004</b>	0,031	<b>0,009</b>	<b>GEÇER</b>
	0,038	0,043						0,110	0,128					
Sonuç Son	0,039	0,039						0,121	0,124					
Bildirim	0,044	0,039	0,041	<b>0,002</b>	0,011	<b>0,003</b>	<b>GEÇER</b>	0,130	0,132	0,127	<b>0,007</b>	0,031	<b>0,009</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	0,045	0,039						0,133	0,124					

**Tablo 3 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Flutriafol, HCH-gama (Lindane))

	Flutriafol (mg/kg)							HCH-gama (Lindane) (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,184	0,187						0,083	0,076					
Hazırlama	0,172	0,161	0,176	---	0,043	<b>0,013</b>	---	0,083	0,080	0,079	---	0,021	<b>0,006</b>	---
Günü	0,176	0,174						0,077	0,077					
YTM	0,180	0,181						0,084	0,079					
Gönderimi	0,170	0,158	0,173	<b>0,002</b>	0,043	<b>0,013</b>	<b>GEÇER</b>	0,075	0,070	0,076	<b>0,003</b>	0,021	<b>0,006</b>	<b>GEÇER</b>
Öncesi	0,181	0,170						0,079	0,072					
YTM Kargo	0,178	0,166						0,081	0,077					
İletim Günü	0,173	0,161	0,171	<b>0,004</b>	0,043	<b>0,013</b>	<b>GEÇER</b>	0,071	0,073	0,075	<b>0,004</b>	0,021	<b>0,006</b>	<b>GEÇER</b>
(maksimum)	0,183	0,166						0,077	0,072					
YT Çevrimi	0,192	0,195						0,080	0,078					
Ortası	0,170	0,184	0,187	<b>0,012</b>	0,043	<b>0,013</b>	<b>GEÇER</b>	0,076	0,080	0,076	<b>0,003</b>	0,021	<b>0,006</b>	<b>GEÇER</b>
	0,195	0,187						0,072	0,071					
Sonuç Son	0,145	0,159						0,071	0,074					
Bildirim	0,181	0,182	0,169	<b>0,007</b>	0,043	<b>0,013</b>	<b>GEÇER</b>	0,083	0,075	0,079	<b>0,000</b>	0,021	<b>0,006</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	0,185	0,161						0,089	0,084					

Tablo 3 (devamı). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Heptachlor, Pyrimethanil)

	Heptachlor (mg/kg)							Pyrimethanil (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,049	0,047						0,138	0,121					
Hazırlama	0,048	0,048	0,046	---	0,012	<b>0,004</b>	---	0,138	0,139	0,130	---	0,032	<b>0,010</b>	---
Günü	0,040	0,041						0,123	0,120					
YTM	0,047	0,042						0,134	0,134					
Gönderimi	0,043	0,040	0,043	<b>0,003</b>	0,012	<b>0,004</b>	<b>GEÇER</b>	0,130	0,125	0,131	<b>0,001</b>	0,032	<b>0,010</b>	<b>GEÇER</b>
Öncesi	0,044	0,039						0,128	0,132					
YTM Kargo	0,042	0,044						0,137	0,133					
İletim Günü	0,042	0,041	0,043	<b>0,003</b>	0,012	<b>0,004</b>	<b>GEÇER</b>	0,132	0,126	0,133	<b>0,004</b>	0,032	<b>0,010</b>	<b>GEÇER</b>
(maksimum)	0,044	0,042						0,144	0,129					
YT Çevrimi	0,047	0,051						0,140	0,137					
Ortası	0,047	0,045	0,046	<b>0,000</b>	0,012	<b>0,004</b>	<b>GEÇER</b>	0,120	0,132	0,133	<b>0,003</b>	0,032	<b>0,010</b>	<b>GEÇER</b>
	0,040	0,045						0,130	0,136					
Sonuç Son	0,048	0,047						0,123	0,125					
Bildirim	0,047	0,045	0,047	<b>0,001</b>	0,012	<b>0,004</b>	<b>GEÇER</b>	0,141	0,141	0,133	<b>0,003</b>	0,032	<b>0,010</b>	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	0,053	0,040						0,147	0,121					



**Tablo 3 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Tebuconazole, Tralkoxydim)

	Tebuconazole (mg/kg)							Tralkoxydim (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0.3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,378	0,332						0,065	0,062					
Hazırlama Günü	0,378	0,385	0,370	---	0,095	<b>0,029</b>	---	0,068	0,063	0,065	---	0,017	<b>0,005</b>	---
	0,387	0,357						0,062	0,069					
YTM	0,398	0,382						0,069	0,068					
Gönderimi Öncesi	0,380	0,349	0,378	<b>0,008</b>	0,095	<b>0,029</b>	<b>GEÇER</b>	0,066	0,061	0,067	<b>0,002</b>	0,017	<b>0,005</b>	<b>GEÇER</b>
	0,380	0,377						0,071	0,067					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,407	0,382						0,062	0,058					
	0,394	0,365	0,391	<b>0,021</b>	0,095	<b>0,029</b>	<b>GEÇER</b>	0,060	0,059	0,061	<b>0,004</b>	0,017	<b>0,005</b>	<b>GEÇER</b>
	0,424	0,372						0,066	0,058					
YT Çevrimi Ortası	0,388	0,385						0,069	0,069					
	0,342	0,373	0,373	<b>0,004</b>	0,095	<b>0,029</b>	<b>GEÇER</b>	0,058	0,064	0,067	<b>0,002</b>	0,017	<b>0,005</b>	<b>GEÇER</b>
	0,373	0,379						0,072	0,069					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,307	0,334						0,061	0,053					
	0,376	0,391	0,359	<b>0,010</b>	0,095	<b>0,029</b>	<b>GEÇER</b>	0,065	0,067	0,062	<b>0,003</b>	0,017	<b>0,005</b>	<b>GEÇER</b>
	0,408	0,339						0,069	0,058					

**Tablo 4.** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Azoxystrobin)

Azoxystrobin (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,449	0,392	0,371	0,387	0,320	
	0,408	0,400	0,346	0,399	0,323	
	0,358	0,361	0,349	0,338	0,367	
	0,341	0,324	0,342	0,369	0,385	
	0,351	0,370	0,381	0,387	0,395	
	0,328	0,358	0,335	0,392	0,305	
Toplam	2,235	2,205	2,124	2,272	2,095	
Ortalama	0,373	0,368	0,354	0,379	0,349	0,364
Varyans	0,002152	0,000738	0,000322	0,000495	0,001438	0,005145

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,003714	4	0,00092845	0,902348078	0,47753909	2,75871047
Grup içi	0,025723167	25	0,001028927			
Toplam	0,029436967	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Carboxin)

Carboxin (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,094	0,097	0,089	0,094	0,079	
	0,084	0,092	0,080	0,087	0,087	
	0,090	0,093	0,084	0,093	0,092	
	0,085	0,086	0,081	0,088	0,090	
	0,091	0,095	0,090	0,093	0,095	
	0,088	0,093	0,082	0,082	0,082	
Toplam	0,532	0,556	0,506	0,537	0,525	
Ortalama	0,089	0,093	0,084	0,090	0,087	0,089
Varyans	0,000014	0,000014	0,000018	0,000022	0,000036	0,000104

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000224	4	5,60133E-05	2,695082325	0,05393414	2,75871047
Grup içi	0,000519588	25	2,07835E-05			
Toplam	0,000743642	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Chlordane, cis-)

Chlordane, cis- (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,042	0,045	0,040	0,043	0,039	
	0,037	0,041	0,037	0,041	0,039	
	0,040	0,042	0,039	0,039	0,044	
	0,037	0,039	0,037	0,041	0,039	
	0,037	0,041	0,046	0,038	0,045	
	0,040	0,040	0,037	0,043	0,039	
Toplam	0,233	0,249	0,236	0,245	0,245	
Ortalama	0,039	0,042	0,039	0,041	0,041	0,040
Varyans	0,000005	0,000004	0,000013	0,000004	0,000008	0,000033

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000030	4	7,48112E-06	1,119562389	0,36959128	2,75871047
Grup içi	0,000167055	25	6,68218E-06			
Toplam	0,000196979	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Endosulfan-alpha)

Endosulfan-alpha (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,122	0,137	0,128	0,127	0,121	
	0,118	0,129	0,113	0,131	0,124	
	0,116	0,129	0,116	0,116	0,130	
	0,138	0,114	0,124	0,135	0,132	
	0,113	0,127	0,130	0,110	0,133	
	0,117	0,133	0,110	0,128	0,124	
Toplam	0,724	0,770	0,720	0,747	0,765	
Ortalama	0,121	0,128	0,120	0,125	0,127	0,124
Varyans	0,000081	0,000061	0,000067	0,000090	0,000026	0,000324

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000342	4	8,5397E-05	1,316532368	0,29108697	2,75871047
Grup içi	0,001621628	25	6,48651E-05			
Toplam	0,001963216	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Flutriafol)

Flutriafol (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,184	0,180	0,178	0,192	0,145	
	0,187	0,181	0,166	0,195	0,159	
	0,172	0,170	0,173	0,170	0,181	
	0,161	0,158	0,161	0,184	0,182	
	0,176	0,181	0,183	0,195	0,185	
	0,174	0,170	0,166	0,187	0,161	
Toplam	1,054	1,040	1,027	1,123	1,013	
Ortalama	0,176	0,173	0,171	0,187	0,169	0,175
Varyans	0,000086	0,000084	0,000069	0,000090	0,000262	0,000591

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,001222	4	0,00030555	2,584879589	0,0615344	2,75871047
Grup içi	0,002955167	25	0,000118207			
Toplam	0,004177367	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (HCH-gama (Lindane))

HCH-gama (Lindane) (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,083	0,084	0,081	0,080	0,071	
	0,076	0,079	0,077	0,078	0,074	
	0,083	0,075	0,071	0,076	0,083	
	0,080	0,070	0,073	0,080	0,075	
	0,077	0,079	0,077	0,072	0,089	
	0,077	0,072	0,072	0,071	0,084	
Toplam	0,476	0,458	0,450	0,457	0,477	
Ortalama	0,079	0,076	0,075	0,076	0,079	0,077
Varyans	0,000010	0,000027	0,000014	0,000017	0,000050	0,000117

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000097	4	2,42691E-05	1,038736802	0,407016	2,75871047
Grup içi	0,000584101	25	2,3364E-05			
Toplam	0,000681177	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Heptachlor)

Heptachlor (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,049	0,047	0,042	0,047	0,048	
	0,047	0,042	0,044	0,051	0,047	
	0,048	0,043	0,042	0,047	0,047	
	0,048	0,040	0,041	0,045	0,045	
	0,040	0,044	0,044	0,040	0,053	
	0,041	0,039	0,042	0,045	0,040	
Toplam	0,273	0,256	0,255	0,275	0,280	
Ortalama	0,046	0,043	0,043	0,046	0,047	0,045
Varyans	0,000016	0,000009	0,000002	0,000012	0,000018	0,000056

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000091	4	2,28271E-05	2,023880551	0,1217328	2,75871047
Grup içi	0,000281972	25	1,12789E-05			
Toplam	0,00037328	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Pyrimethanil)

Pyrimethanil (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,138	0,134	0,137	0,140	0,123	
	0,121	0,134	0,133	0,137	0,125	
	0,138	0,130	0,132	0,120	0,141	
	0,139	0,125	0,126	0,132	0,141	
	0,123	0,128	0,144	0,130	0,147	
	0,120	0,132	0,129	0,136	0,121	
Toplam	0,779	0,784	0,800	0,795	0,797	
Ortalama	0,130	0,131	0,133	0,133	0,133	0,132
Varyans	0,000088	0,000014	0,000039	0,000046	0,000122	0,000309

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000055	4	1,38577E-05	0,224457411	0,92216955	2,75871047
Grup içi	0,001543469	25	6,17388E-05			
Toplam	0,0015989	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Tebuconazole)

Tebuconazole (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,378	0,398	0,407	0,388	0,307	
	0,332	0,382	0,382	0,385	0,334	
	0,378	0,380	0,394	0,342	0,376	
	0,385	0,349	0,365	0,373	0,391	
	0,387	0,380	0,424	0,373	0,408	
	0,357	0,377	0,372	0,379	0,339	
Toplam	2,217	2,266	2,344	2,240	2,155	
Ortalama	0,370	0,378	0,391	0,373	0,359	0,374
Varyans	0,000451	0,000253	0,000494	0,000273	0,001489	0,002960

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,003192	4	0,000797883	1,347927695	0,28011838	2,75871047
Grup içi	0,014798333	25	0,000591933			
Toplam	0,017989867	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

**Tablo 4 (devamı).** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Tralkoxydim)

Tralkoxydim (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,065	0,069	0,062	0,069	0,061	
	0,062	0,068	0,058	0,069	0,053	
	0,068	0,066	0,060	0,058	0,065	
	0,063	0,061	0,059	0,064	0,067	
	0,062	0,071	0,066	0,072	0,069	
	0,069	0,067	0,058	0,069	0,058	
Toplam	0,389	0,402	0,363	0,401	0,373	
Ortalama	0,065	0,067	0,061	0,067	0,062	0,064
Varyans	0,000009	0,000012	0,000010	0,000025	0,000036	0,000092

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000198	4	4,94667E-05	2,688405797	0,05436536	2,75871047
Grup içi	0,00046	25	0,0000184			
Toplam	0,000657867	29				
<b>F &lt; F kritik ?</b>	<b>GEÇER</b>					

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (öğütülmüş buğday), 03/10/2017 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir. Katılımcılardan 205 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Katılımcılardan, analiz sonuçları ve metot bilgilerini <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki PES009 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’i elektronik ortamda doldurmak kaydıyla iletmeleri ve formun ıslak imzalı orjinal halini posta yoluyla 03/11/2017 tarihine kadar bildirmeleri istenmiştir. EBYS sistemi kullanan katılımcılara e-belge ile yazdıkları yazının eki olarak gönderebilecekleri bildirilmiştir. Postada gerçekleşmesi muhtemel gecikmeler göz önünde bulundurularak, ıslak imzalı formun taranmış halini e-posta ile göndermeleri ifade edilerek, muhtemel silik yazılardan kaynaklanan okuma hatalarını önlemek için faks ile göndermemeleri istenmiştir.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan aşağıdaki hususlara uygun olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir:

- Test materyali “Hedef Liste” içerisinde bir ya da birden fazla pestisiti içerebilir. Pestisitlere ait sonuçlar ana bileşikler üzerinden verilmelidir.
- Test numunesinde tespit ettiğiniz pestisit miktarını “mg/kg (ppm)” cinsinden, virgülden sonra üç haneli olacak şekilde ve geri kazanım düzeltmesi yapmadan ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’e kaydediniz.
- ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ hedef liste içerisinde yer alan tüm pestisitleri içerecek şekilde hazırlanmıştır. Tüm pestisitler için, öncelikle “Analiz Durumu” ile ilgili olarak pestisit analiz edilip edilmediğine dair uygun seçeneği işaretleyiniz. Analiz edilen tüm pestisitler için (pestisit tespit edilememiş olsa dahi) tablonun ilgili diğer sütunlarını da mutlaka doldurunuz. Analiz edilen ancak test materyalinde tespit edilemeyen pestisitler için ‘Sonuç’ bölümüne ‘Tespit edilemedi’ ifadesini yazınız.
- Hedef listede yer almayan bir pestisiti tespit etmeniz halinde, lütfen bunu ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ “Ekleme İstedikleriniz” kısmında belirtiniz

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 32 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

Katılımcı test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ise ve ölçüm limiti (LOQ) -3,0 z skoruna karşılık gelen değerden düşük ise; o laboratuvara ait sonuç laboratuvar tarafından bildirilen ölçüm limiti (LOQ) olarak değerlendirilmekte ve buna göre z skoru hesaplanmaktadır.

Katılımcı laboratuvar test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ise ve ölçüm limiti (LOQ) -3,0 z skoruna karşılık gelen değerden yüksek ise; o laboratuvara ait sonuç < LOQ olarak değerlendirilmektedir.

Ancak, yukarıda açıklanan durumlar için, katılımcı laboratuvar sonuç bildirirken ölçüm limiti (LOQ) değerini bildirmemiş ise, bu durumda sonucun < LOQ olup olmadığına dair değerlendirme yapılamayacağından, o laboratuvara ait sonuç sıfır olarak değerlendirilmekte ve buna göre z skoru hesaplanmaktadır.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir pestisit için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Endosulfan-alpha dışındaki tüm pestisitler için katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.<sup>4</sup> Endosulfan-alpha için aykırı değer oranı % 20'nin üzerinde olduğundan, sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma katılımcı sonuçları üzerinden Q/Hampel yöntemi ile belirlenmiştir.<sup>5</sup>

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı<sup>3</sup> ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Her bir pestisit için  $\sigma_{pt}$  aşağıda belirtilen formülle hesaplanmıştır:

$$\sigma_{pt} = 0,25X_{pt}$$

$X_{pt}$ : Atanmış değer



### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

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

$|z| \leq 2$  Uygun

$2 < |z| < 3$  Sorgulanabilir

$|z| \geq 3$  Uygun Değil

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

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

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma

Chlordane, cis- için atanmış değer belirsizliğinin ( $u(X_{pt})$ ), YT standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) kıyasla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu tespit edilmiştir. Bu aktif madde için  $u(X_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$  koşulu sağlanamadığından, aşağıdaki formüle göre atanmış değer belirsizliğini de içeren  $z'$  skoru hesaplanmıştır.

$$z' = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(X_{pt})}}$$

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

$u(X_{pt})$ : Atanmış değer belirsizliği

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

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 5’te, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 6’da,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 7’de verilmektedir. z’ skorlarının değerlendirilmesi z skoru ile aynı şekilde yapılmaktadır. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 8 (Azoxystrobin, Carboxin), Tablo 9 (Chlordane, cis-, Endosulfan-alpha), Tablo 10 (Flutriafol, HCH-gama (Lindane)), Tablo 11 (Heptachlor, Pyrimethanil) ve Tablo 12 (Tebuconazole, Tralkoxydim)’de özetlenmektedir ve Şekil 1 (Azoxystrobin), Şekil 2 (Carboxin), Şekil 3 (Chlordane, cis-), Şekil 4 (Endosulfan-alpha), Şekil 5 (Flutriafol), Şekil 6 (HCH-gama (Lindane)), Şekil 7 (Heptachlor), Şekil 8 (Pyrimethanil), Şekil 9 (Tebuconazole) ve Şekil 10 (Tralkoxydim)’de histogram ile gösterilmektedir.

Test materyalinde Azoxystrobin, Carboxin, Chlordane,cis-, HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Endosulfan-alpha, Flutriafol, Pyrimethanil, Tebuconazole, Tralkoxydim dışında hedef listede yer alan pestisitlerden biri ya da birkaçını  $>0,010$  mg/kg seviyesinde tespit eden (yanlış pozitif sonuç veren) laboratuvarlar Tablo 13’de verilmektedir.

Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 14’te verilmektedir.

**Tablo 5.** Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi (Azoxystrobin, Carboxin, Chlordane,cis-, Endosulfan-alpha, Flutriafol)

	Azoxystrobin	Carboxin	Chlordane, cis-	Endosulfan-alpha	Flutriafol
Sonuç sayısı	30	28	17	25	29
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,133-0,571	0,024-0,147	0,018-0,236	0,034-0,234	0,029-0,298
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,374	0,089	0,054	0,143	0,209
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,351	0,085	0,069	0,143	0,194
Atanmış değer(mg/kg)	<b>0,352</b>	<b>0,084</b>	<b>0,056</b>	<b>0,146</b>	<b>0,197</b>
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,090	0,023	0,025	0,026	0,053
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	28	25	10	21	27
$2 <  z  < 3$ sonuç sayısı	2	2	2	2	1
$ z  \geq 3$ sonuç sayısı	0	1	5	2	1

**Tablo 5 (devamı).** Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi (HCH-gama (Lindane), Heptachlor, Pyrimethanil, Tebuconazole, Tralkoxydim)

	HCH-gama (Lindane)	Heptachlor	Pyrimethanil	Tebuconazole	Tralkoxydim
Sonuç sayısı	28	28	28	30	29
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,028-0,158	0,015-0,156	0,056-0,213	0,128-0,497	0,038-0,130
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,072	0,046	0,133	0,315	0,059
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,078	0,050	0,136	0,295	0,063
Atanmış değer(mg/kg)	<b>0,075</b>	<b>0,048</b>	<b>0,136</b>	<b>0,294</b>	<b>0,061</b>
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,024	0,013	0,031	0,083	0,010
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	24	24	25	27	27
$2 <  z  < 3$ sonuç sayısı	2	3	3	3	0
$ z  \geq 3$ sonuç sayısı	2	1	0	0	2

**Tablo 6.** Atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları

Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (mg/kg)	Belirsizlik ( $u(X_{pt})$ )	Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) (mg/kg)
Azoxystrobin	30	0,352	0,021	0,088
Carboxin	28	0,084	0,005	0,021
Chlordane, cis-	14	0,056	0,008	0,014
Endosulfan-alpha	24	0,146	0,007	0,037
Flutriafol	29	0,197	0,012	0,049
HCH-gama (Lindane)	28	0,075	0,006	0,019
Heptachlor	28	0,048	0,003	0,012
Pyrimethanil	28	0,136	0,007	0,034
Tebuconazole	30	0,294	0,019	0,074
Tralkoxydim	28	0,061	0,002	0,015

**Tablo 7.**  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ skor yüzdesi (%)
Azoxystrobin	28	30	93
Carboxin	25	28	89
Chlordane, cis-	10	17	59
Endosulfan-alpha	21	25	84
Flutriafol	27	29	93
HCH-gama (Lindane)	24	28	86
Heptachlor	24	28	86
Pyrimethanil	25	28	89
Tebuconazole	27	30	90
Tralkoxydim	27	29	93

**Tablo 8.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Azoxystrobin, Carboxin) ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Azoxystrobin				Carboxin			
	Atanmış Değer	0,352 mg/kg			Atanmış Değer	0,084 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,189	80	0,01	-1,9	0,061	80	0,01	-1,1
2	0,231	95	0,01	-1,4	0,056	95	0,01	-1,3
3	0,258	106,71	0,01	-1,1	0,052	91,25	0,01	-1,5
4	0,387	98	0,005	0,4	0,130	97	0,005	2,2
5	0,245	Bildirilmedi	0,01	-1,2	0,066	Bildirilmedi	0,01	-0,9
6	0,497	100,024	0,01	1,7	0,096	102,317	0,01	0,6
7	0,390	86,6	0,005	0,4	0,087	84,1	0,003	0,1
8	0,410	98	0,01	0,7	0,096	93	0,01	0,6
9	0,400	109	0,01	0,5	0,105	100	0,01	1,0
10	0,133	120	0,01	-2,5	0,024	92	0,01	-2,9
11	0,371	98	0,01	0,2	0,092	99	0,01	0,4
12	0,367	107,99	0,0027	0,2	0,085	106,82	0,0019	0,0
13	0,267	108,71	0,001	-1,0	0,061	108,11	0,001	-1,1
14	0,282	88	0,01	-0,8	Analiz edilmedi			
15	0,366	95	0,01	0,2	0,087	95	0,01	0,1
16	0,420	97	0,01	0,8	0,101	97	0,01	0,8
17	0,362	99	5,84	0,1	0,090	102	6,28	0,3
18	0,402	98,4	0,005	0,6	0,103	90	0,005	0,9
19	0,376	83	0,01	0,3	0,088	106	0,01	0,2
20	0,571	104	0,01	2,5	0,147	89	0,01	3,0
21	0,281	98,16	0,01	-0,8	0,064	88,58	0,01	-1,0
22	0,433	94	0,01	0,9	0,105	88	0,01	1,0
23	0,384	82	0,01	0,4	0,097	98	0,01	0,6
24	0,286	96	0,01	-0,7	0,063	92	0,01	-1,0
25	0,403	89	0,01	0,6	0,093	101	0,01	0,4
26	0,250	103,69	0,01	-1,2	0,050	101,2	0,01	-1,6
27	0,461	101,39	0,01	1,2	Analiz edilmedi			
28	0,390	97	0,01	0,4	0,100	98	0,01	0,8
29	0,313	95	0,01	-0,4	0,081	92	0,01	-0,2
30	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
31	0,410	88	0,01	0,7	0,091	92	0,01	0,3
32	Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi		Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi	

**Tablo 9.** Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Chlordane,cis-, Endosulfan-alpha) ( | z | > 2 aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.

Lab. Kodu	Chlordane, cis-				Endosulfan-alpha			
	Atanmış Değer	0,056 mg/kg			Atanmış Değer	0,146 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z'-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
2	0,040	93	0,01	-1,0	0,034	95	0,01	-3,1
3	0,236	108,23	0,01	11,0	0,234	103,28	0,01	2,4
4	Analiz edilmedi				0,213	93	0,01	1,8
5	Tespit edilemedi	Bildirilmedi	0,01	<LOQ	Analiz edilmedi			
6	Analiz edilmedi				0,195	98,766	0,01	1,3
7	Analiz edilmedi				0,152	97,71	0,01	0,2
8	0,056	93	0,01	0,0	0,134	93	0,01	-0,3
9	0,054	101	0,01	-0,2	0,143	88	0,01	-0,1
10	0,046	95	0,01	-0,6	0,108	85	0,01	-1,0
11	Analiz edilmedi				0,136	97	0,01	-0,3
12	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
13	Tespit edilemedi	98,54	0,001	-3,4	0,103	95,13	0,001	-1,2
14	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
15	0,095	92	0,01	2,4	0,130	94	0,002	-0,4
16	Tespit edilemedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-3,5	0,145	90	0,002	0,0
17	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
18	Analiz edilmedi				0,139	92,3	0,005	-0,2
19	0,128	95	0,01	4,4	0,150	94	0,01	0,1
20	Analiz edilmedi				0,212	78	0,01	1,8
21	Tespit edilemedi	102,07	0,01	<LOQ	Analiz edilmedi			
22	0,045	85	0,01	-0,7	0,125	85	0,01	-0,6
23	0,055	87	0,01	-0,1	0,143	89	0,002	-0,1
24	0,018	101	0,01	-2,4	0,046	98	0,002	-2,7
25	0,054	72	0,01	-0,2	0,133	70	0,01	-0,4
26	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
27	0,047	108,33	0,01	-0,6	0,158	103,64	0,01	0,3
28	Analiz edilmedi				0,137	95	0,01	-0,2
29	Tespit edilemedi	Bildirilmedi	0,01	<LOQ	0,177	88	0,002	0,8
30	0,036	106,96	0,01	-1,3	0,142	96,04	0,01	-0,1
31	Tespit edilemedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi	-3,5	0,145	79	0,01	0,0
32	0,061	Bildirilmedi	0,01	0,3	Tespit edilemedi	Bildirilmedi	0,01	-3,7

**Tablo 10.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Flutriafol, HCH-gama (Lindane)) ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Flutriafol				HCH-gama (Lindane)			
	Atanmış Değer	0,197 mg/kg			Atanmış Değer	0,075 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,155	80	0,01	-0,8	0,028	80	0,01	-2,5
2	0,136	93	0,01	-1,2	0,072	98	0,01	-0,2
3	0,111	107,18	0,01	-1,7	0,047	87,81	0,01	-1,5
4	0,265	98	0,005	1,4	0,129	96	0,01	2,9
5	0,170	Bildirilmedi	0,01	-0,5	0,087	Bildirilmedi	0,01	0,6
6	0,275	104,565	0,01	1,6	0,105	90,231	0,01	1,6
7	0,183	100,6	0,013	-0,3	0,052	92,9	0,01	-1,2
8	0,230	94	0,01	0,7	0,070	96	0,01	-0,3
9	0,220	100	0,01	0,5	0,079	102	0,01	0,2
10	0,029	86	0,01	-3,4	0,067	75	0,01	-0,4
11	0,220	97	0,01	0,5	0,068	98	0,01	-0,4
12	0,215	87,33	0,0097	0,4	Analiz edilmedi			
13	0,161	108,84	0,001	-0,7	Analiz edilmedi			
14	0,209	90	0,01	0,3	Analiz edilmedi			
15	0,200	98	0,01	0,1	0,073	98	0,01	-0,1
16	0,200	98	0,01	0,1	0,072	95	0,005	-0,2
17	0,200	96	7,66	0,1	0,047	110	8,092	-1,5
18	0,251	93,1	93	1,1	0,081	96,2	0,005	0,3
19	0,212	92	0,01	0,3	0,069	82	0,01	-0,3
20	0,298	98,3	0,01	2,1	0,144	80,9	0,01	3,7
21	0,157	91,55	0,01	-0,8	0,069	104,34	0,01	-0,3
22	0,236	94	0,01	0,8	0,072	90	0,01	-0,2
23	0,223	96	0,01	0,5	0,072	87	0,01	-0,2
24	0,117	99	0,01	-1,6	0,038	96	0,01	-2,0
25	0,211	90	0,01	0,3	0,083	91	0,01	0,4
26	0,109	102,24	0,01	-1,8	Analiz edilmedi			
27	0,226	98,06	0,01	0,6	0,104	107,87	0,01	1,5
28	Analiz edilmedi				0,073	95	0,01	-0,1
29	0,169	95	0,01	-0,6	0,107	89	0,002	1,7
30	Analiz edilmedi				0,055	94,07	0,01	-1,1
31	0,231	82	0,01	0,7	0,072	85	0,01	-0,2
32	Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi		0,158	Bildirilmedi	0,01	4,4

**Tablo 11.** Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Heptachlor, Pyrimethanil) ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Heptachlor				Pyrimethanil			
	Atanmış Değer	0,048 mg/kg			Atanmış Değer	0,136 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,015	100	0,01	-2,7	0,087	80	0,01	-1,4
2	0,043	95	0,01	-0,4	0,118	96	0,01	-0,5
3	0,036	108,9	0,01	-1,0	0,056	116,76	0,01	-2,4
4	0,073	98	0,01	2,1	0,193	93	0,005	1,7
5	0,032	Bildirilmedi	0,01	-1,3	0,119	Bildirilmedi	0,01	-0,5
6	0,064	89,423	0,01	1,4	0,166	80,739	0,01	0,9
7	0,049	90,1	0,01	0,1	0,125	100,6	0,011	-0,3
8	0,046	91	0,01	-0,1	0,150	95	0,01	0,4
9	0,050	89	0,01	0,2	0,151	85	0,01	0,4
10	0,054	81	0,01	0,5	Analiz edilmedi			
11	0,047	97	0,01	-0,1	0,131	98	0,01	-0,2
12	Analiz edilmedi				0,125	100,09	0,003	-0,3
13	0,033	100,97	0,001	-1,2	Analiz edilmedi			
14	Analiz edilmedi				0,130	92	0,01	-0,2
15	0,041	98	0,01	-0,6	0,132	92	0,01	-0,1
16	0,045	90	0,01	-0,2	0,148	97	0,01	0,3
17	0,045	104	6,241	-0,2	0,121	82	5,97	-0,4
18	0,047	105,4	0,005	-0,1	0,195	94,5	0,005	1,7
19	0,040	83	0,01	-0,6	0,133	85	0,01	-0,1
20	0,071	82,6	0,01	1,9	0,213	99	0,01	2,3
21	0,037	102,79	0,01	-0,9	0,093	90,99	0,01	-1,3
22	0,045	80	0,01	-0,2	0,152	95	0,01	0,5
23	0,045	86	0,01	-0,2	0,143	96	0,01	0,2
24	0,017	99	0,01	-2,6	0,110	96	0,01	-0,8
25	0,062	103	0,01	1,2	0,151	97	0,01	0,4
26	Analiz edilmedi				0,058	98,89	0,01	-2,3
27	0,058	110,59	0,01	0,9	0,175	95,61	0,01	1,1
28	Analiz edilmedi				0,132	95	0,01	-0,1
29	0,056	93	0,01	0,7	0,153	95	0,01	0,5
30	0,043	92,17	0,01	-0,4	Analiz edilmedi			
31	0,061	88	0,01	1,1	0,140	81	0,01	0,1
32	0,156	Bildirilmedi	0,005	9,1	Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi	



**Tablo 12.** Katılımcı sonuçları ve z-Skorları (Tebuconazole, Tralkoxydim) ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Tebuconazole				Tralkoxydim			
	Atanmış Değer	0,294 mg/kg			Atanmış Değer	0,061 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,159	80	0,01	-1,8	0,038	80	0,01	-1,5
2	0,217	98	0,01	-1,1	0,052	101	0,01	-0,6
3	0,175	77,17	0,01	-1,6	0,060	86,74	0,01	-0,1
4	0,432	97	0,005	1,9	0,072	79	0,005	0,7
5	0,274	Bildirilmedi	0,01	-0,3	Analiz edilmedi			
6	0,373	90,742	0,01	1,1	0,075	82,006	0,01	0,9
7	0,281	96	0,011	-0,2	0,050	100	0,025	-0,7
8	0,350	95	0,01	0,8	0,070	91	0,01	0,6
9	0,356	89	0,01	0,8	0,060	73	0,01	-0,1
10	0,128	104	0,01	-2,3	0,056	113	0,01	-0,3
11	0,323	98	0,01	0,4	0,053	97	0,01	-0,5
12	0,258	108,12	0,0063	-0,5	0,055	108,3	0,0026	-0,4
13	0,238	102,85	0,001	-0,8	0,088	110,2	0,001	1,8
14	0,257	95	0,01	-0,5	Tespit edilemedi	90	0,01	-3,3
15	0,326	95	0,01	0,4	0,054	95	Bildirilmedi	-0,5
16	0,315	95	0,01	0,3	0,058	95	0,01	-0,2
17	0,280	94	5,78	-0,2	0,055	81	6,38	-0,4
18	0,377	87	0,005	1,1	0,067	92,4	0,005	0,4
19	0,315	98	0,01	0,3	0,062	95	0,01	0,1
20	0,497	99	0,025	2,8	0,130	90	0,01	4,5
21	0,250	97,24	0,01	-0,6	0,058	102	0,01	-0,2
22	0,340	72	0,01	0,6	0,076	70	0,01	1,0
23	0,322	86	0,01	0,4	0,054	89	0,01	-0,5
24	0,138	101	0,01	-2,1	0,043	96	0,01	-1,2
25	0,337	98	0,01	0,6	0,066	76	0,01	0,3
26	0,171	98,74	0,01	-1,7	0,058	88,6	0,01	-0,2
27	0,378	98,94	0,01	1,1	0,066	92,29	0,01	0,3
28	0,330	95	0,01	0,5	0,060	94	0,01	-0,1
29	0,328	91	0,01	0,5	0,069	90	0,01	0,5
30	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
31	0,312	81	0,01	0,2	0,058	79	0,01	-0,2
32	Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi		Bildirilmedi	Bildirilmedi	Bildirilmedi	

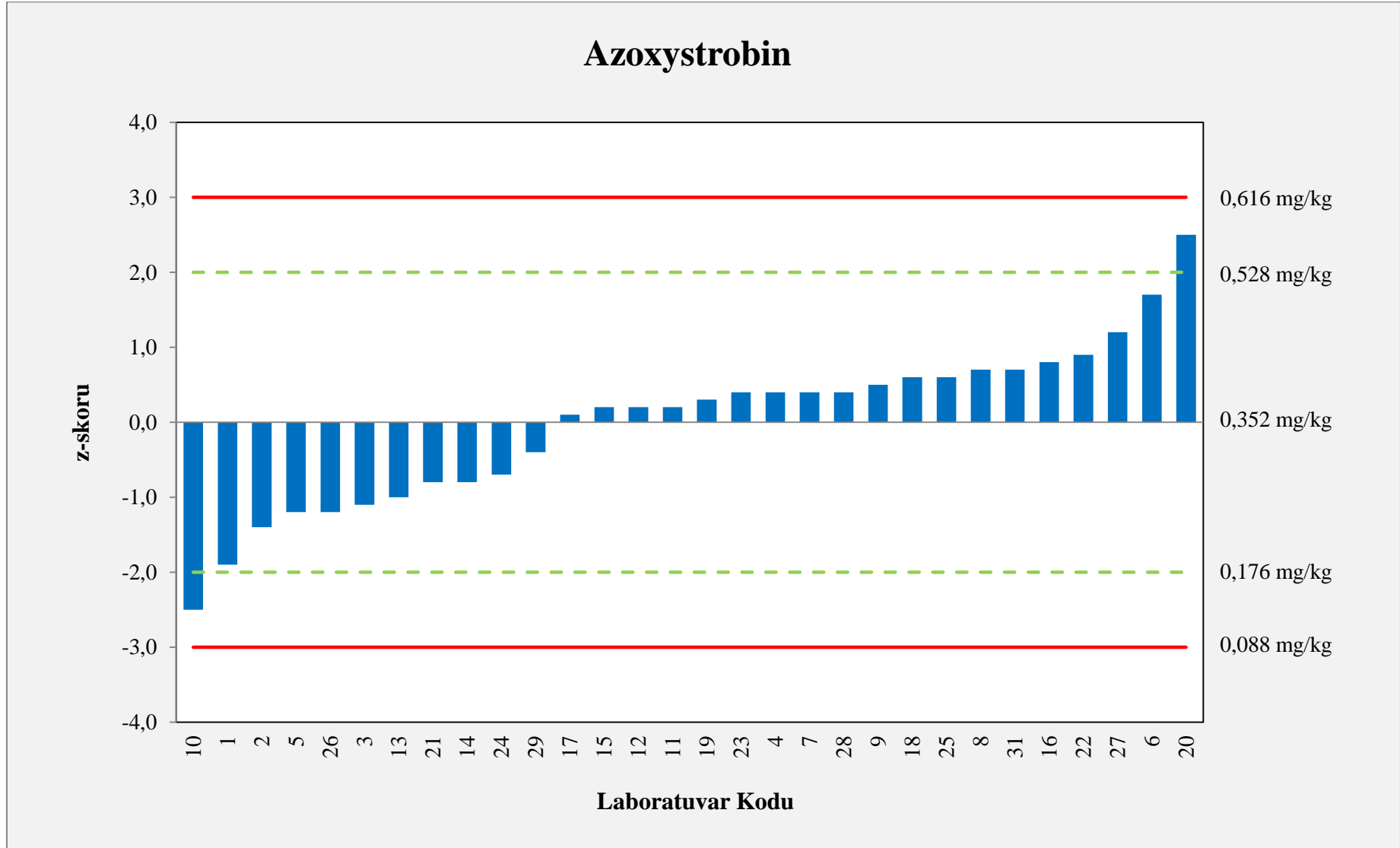
**Tablo 13.** Katılımcılar tarafından bildirilen diğer pestisitler (> 0,010 mg/kg)

Lab Kodu	Pestisit	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)
4	HCH-beta	0,126	94	0,010
4	Dieldrin	0,220	80	0,010
5	Chlordane-trans	0,040	Bildirilmedi	0,010
13	Chlordane-trans	0,040	95,79	0,001
21	Chlordane-trans	0,033	95,90	0,01
29	Dieldrin	0,21	98	0,010
32	Endosulfan-beta	0,270	Bildirilmedi	0,010

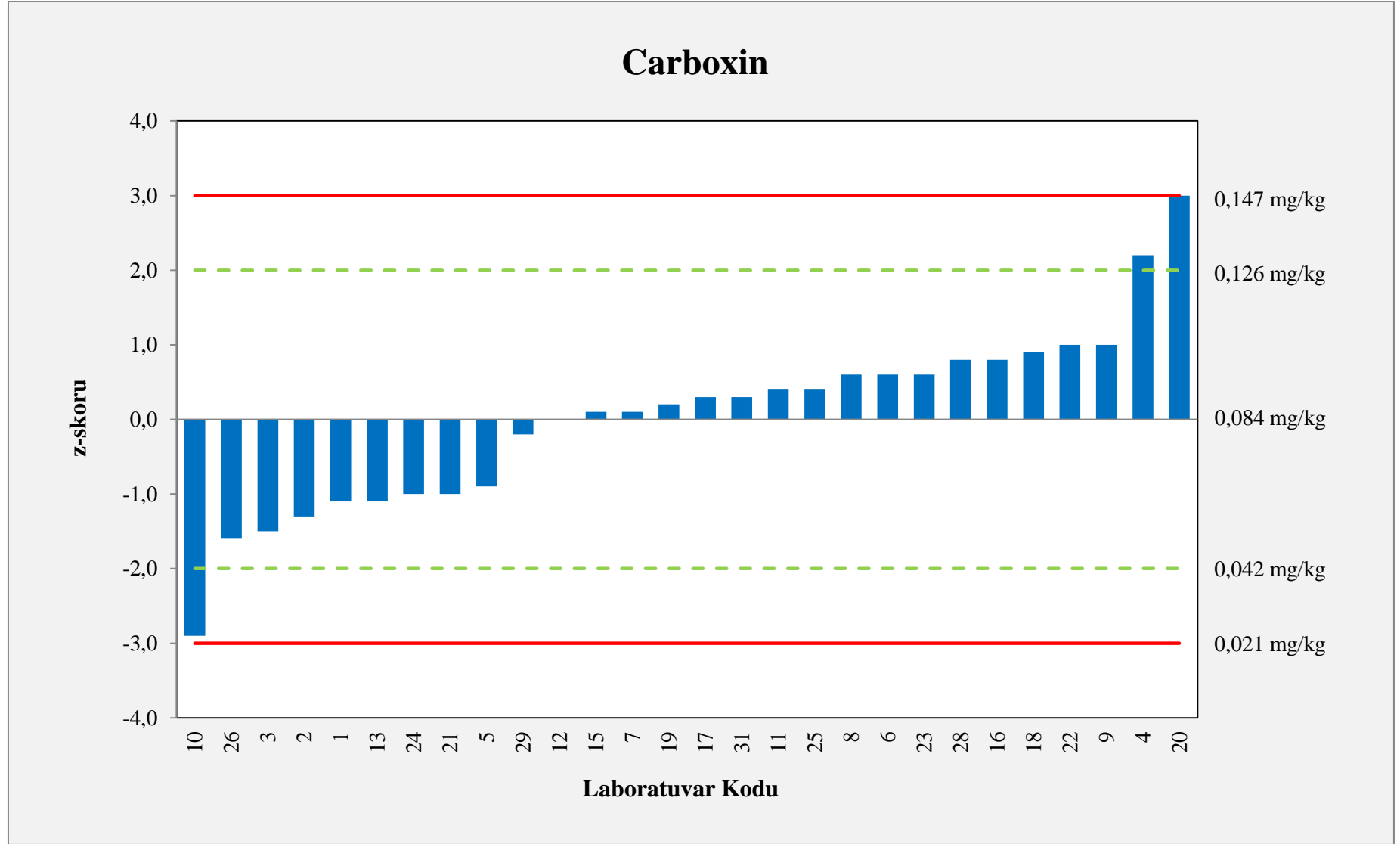
**Tablo 14.** Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
2	Öğütülmüş Buğday yerine ‘Tam Buğday Unu’ kullanılması homojenlik açısından daha iyi olacaktır. Mevcut numune un haline getirilmediğinden analitler homojen bir şekilde karışmayabilecektir.
7	Sonuç bildirim formu doldurulması çok zahmetli ve uzun sürmektedir. Daha pratik bir yol geliştirilebilir mi?
28	Analiz sonuç formunu doldurmak çok vakit alıyor, elektronik ortamda yapılırsa daha pratik ve güzel olur.

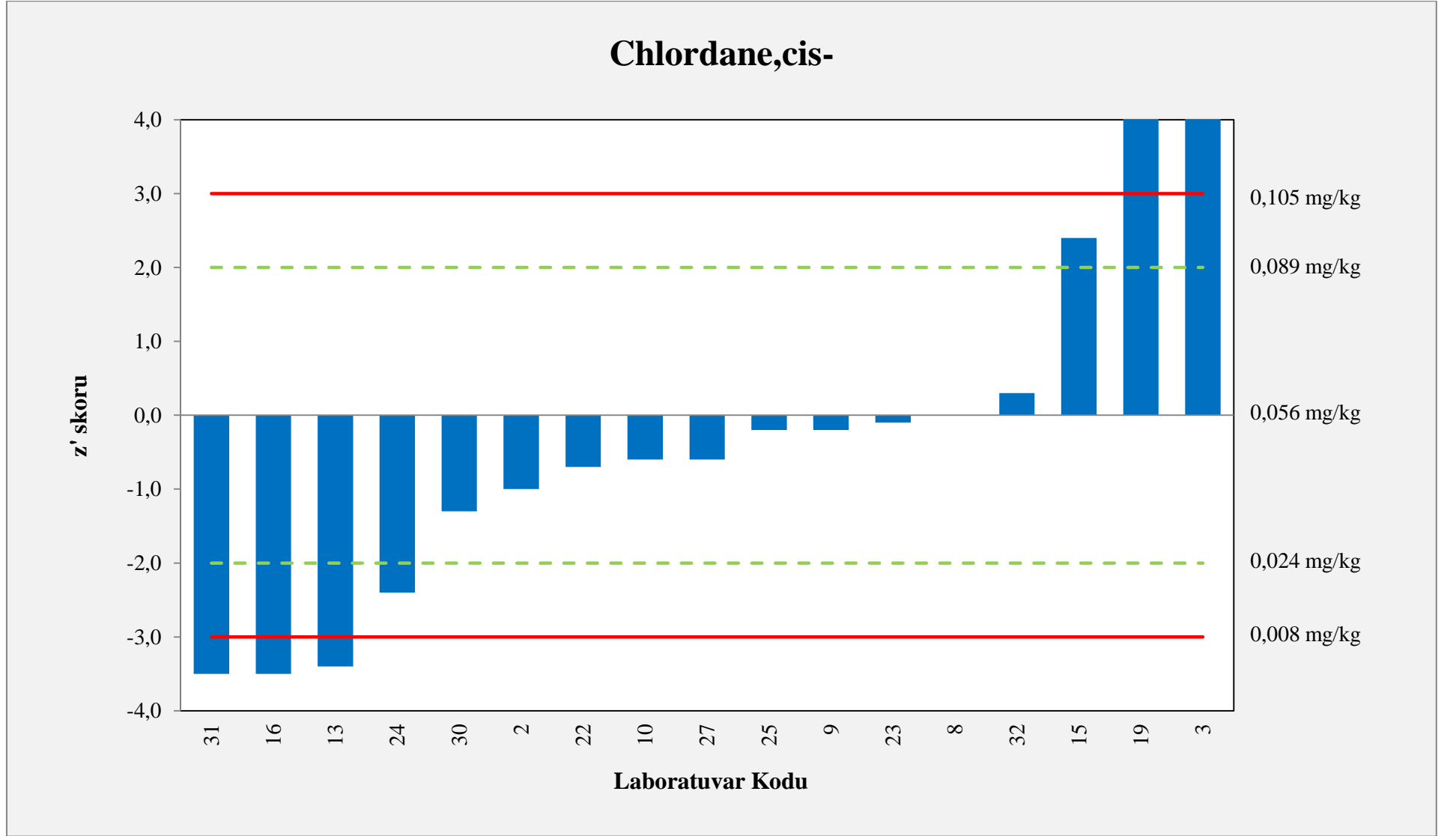
\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.



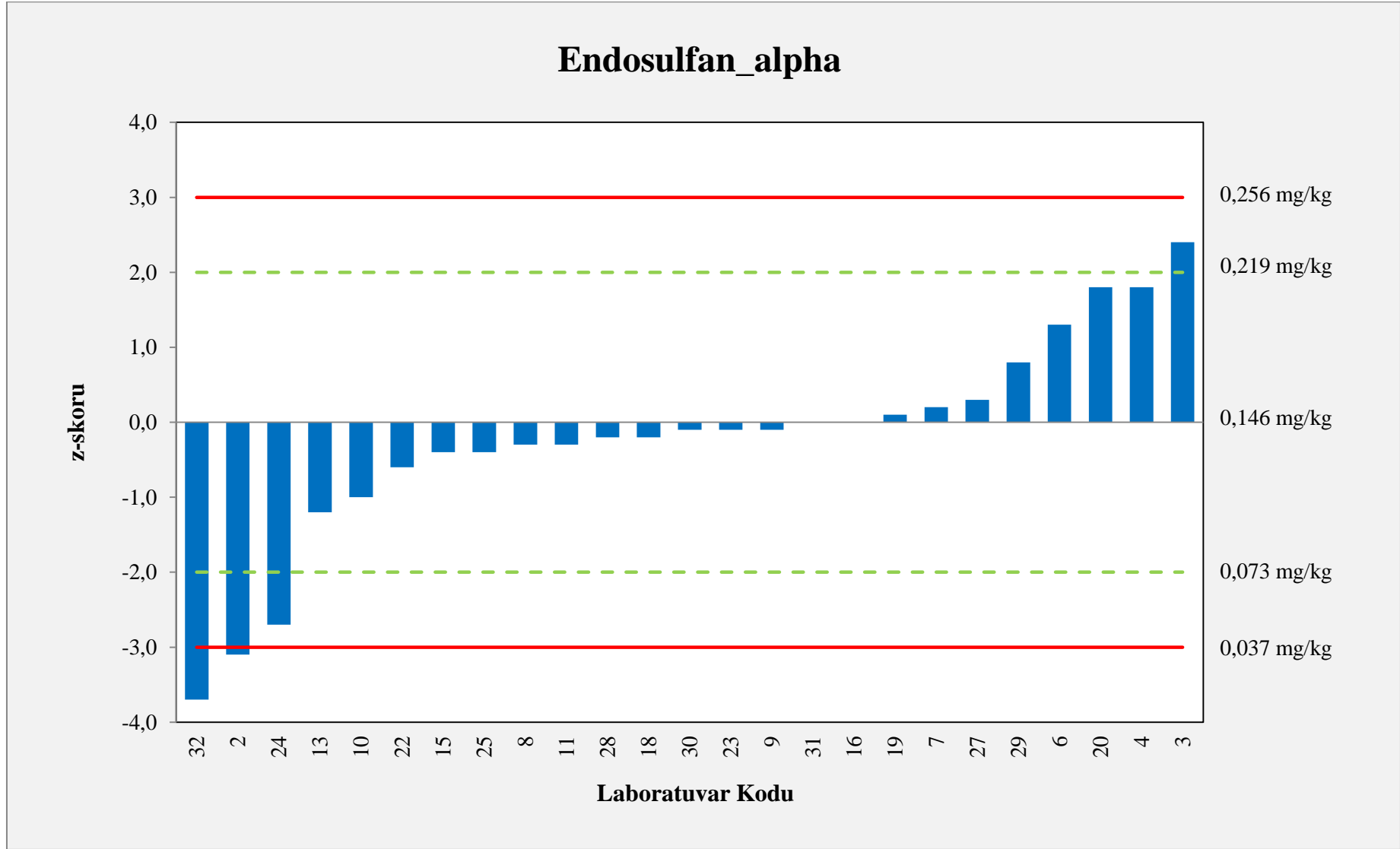
Şekil 1. Azoxystrobin için z-Skorları Histogramı



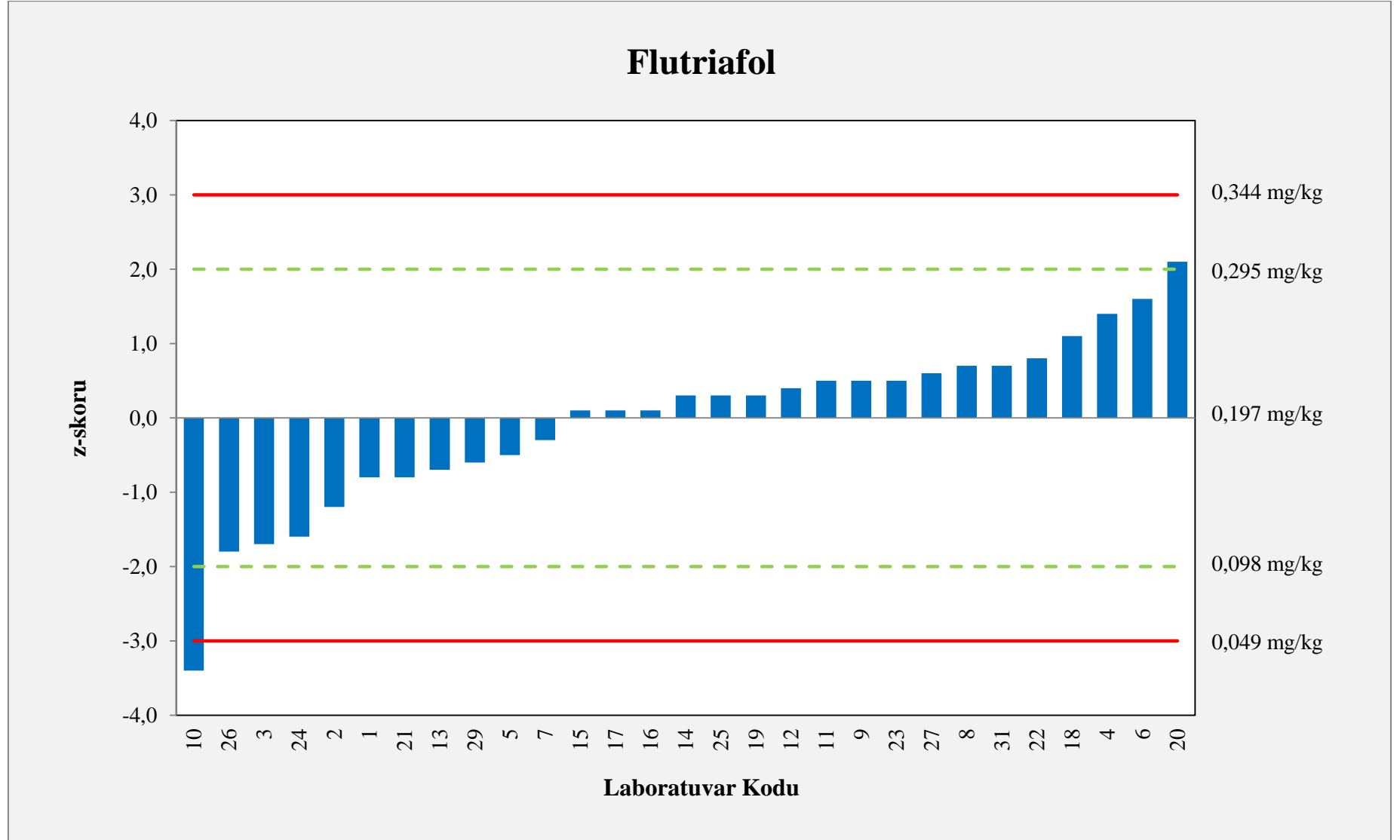
Şekil 2.Carboxin için z'-Skorları Histogramı



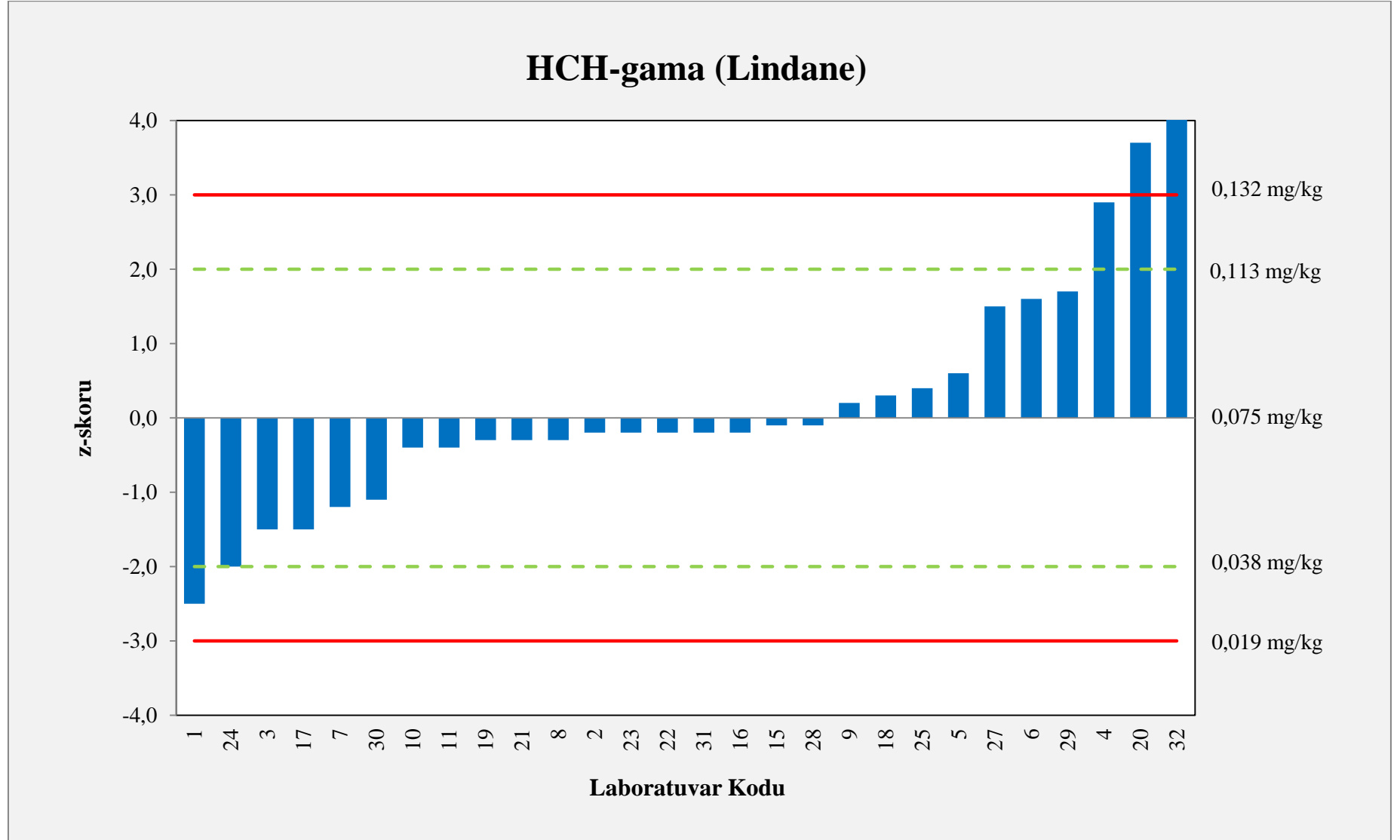
Şekil 3.Chlordane,cis- için z-Skorları Histogramı



**Şekil 4.**Endosulfan-alpha için z-Skorları Histogramı

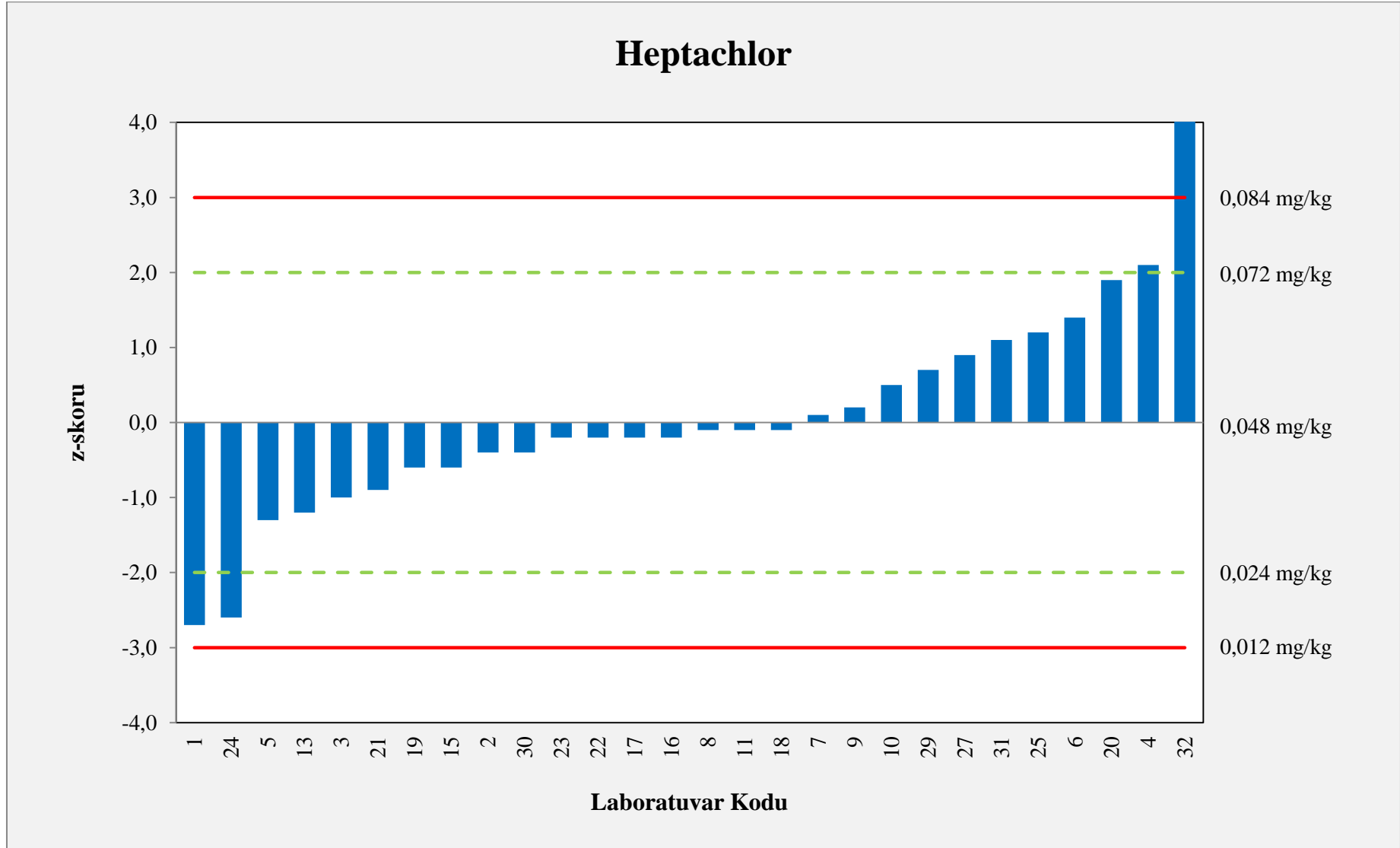


Şekil 5.Flutriafol için z-Skorları Histogramı

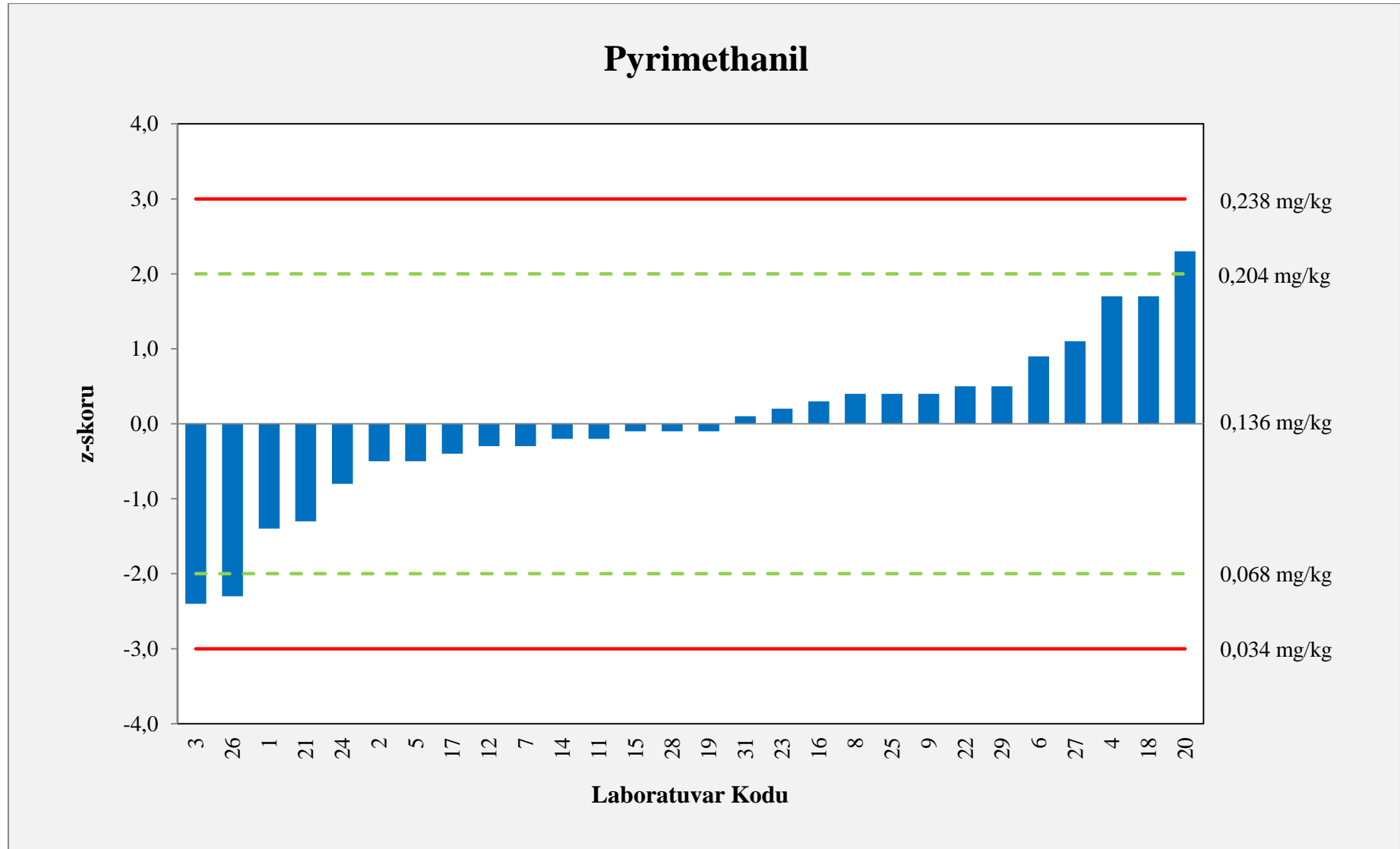


Şekil 6.HCH-gama (Lindane) için z-Skorları Histogramı

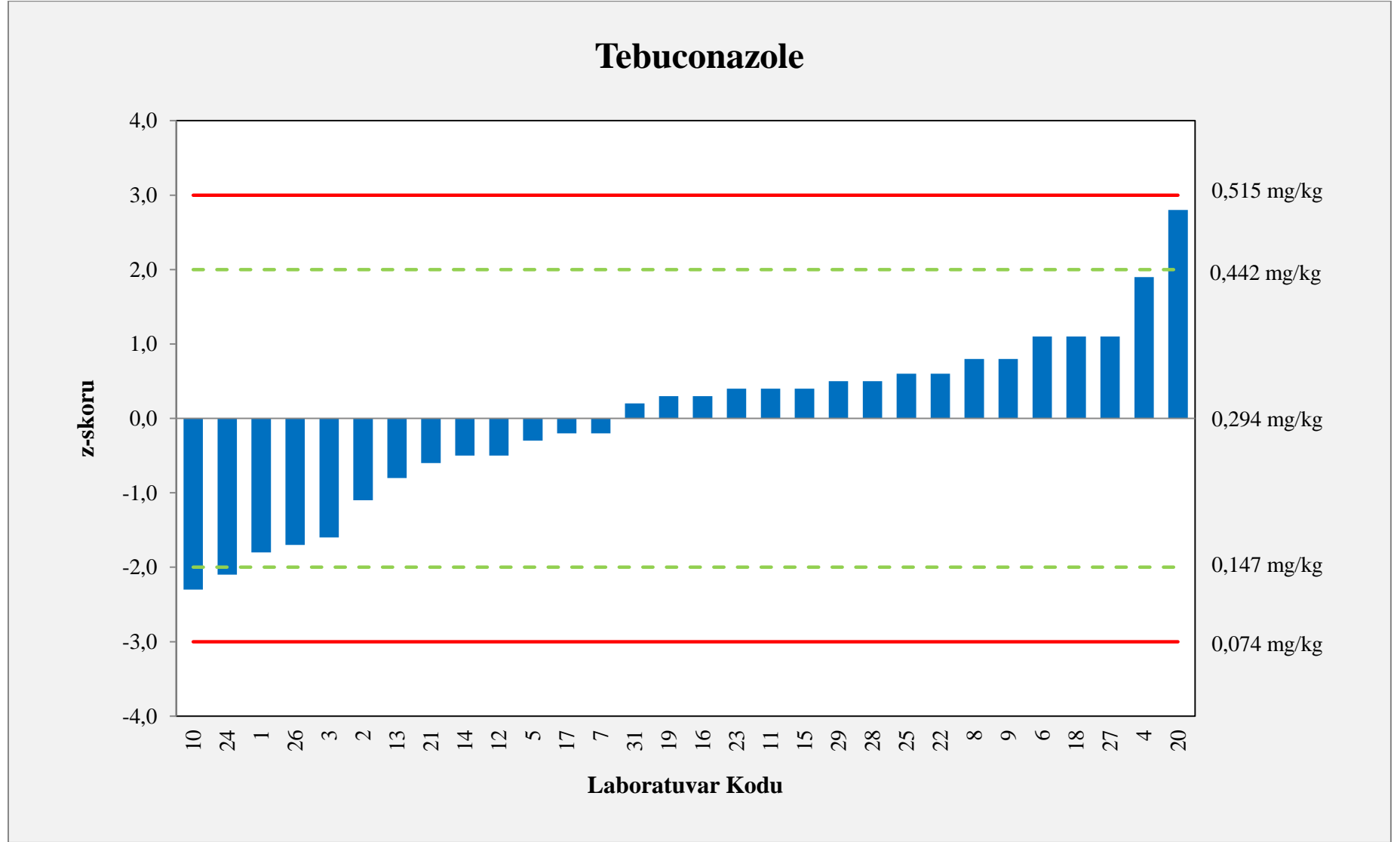




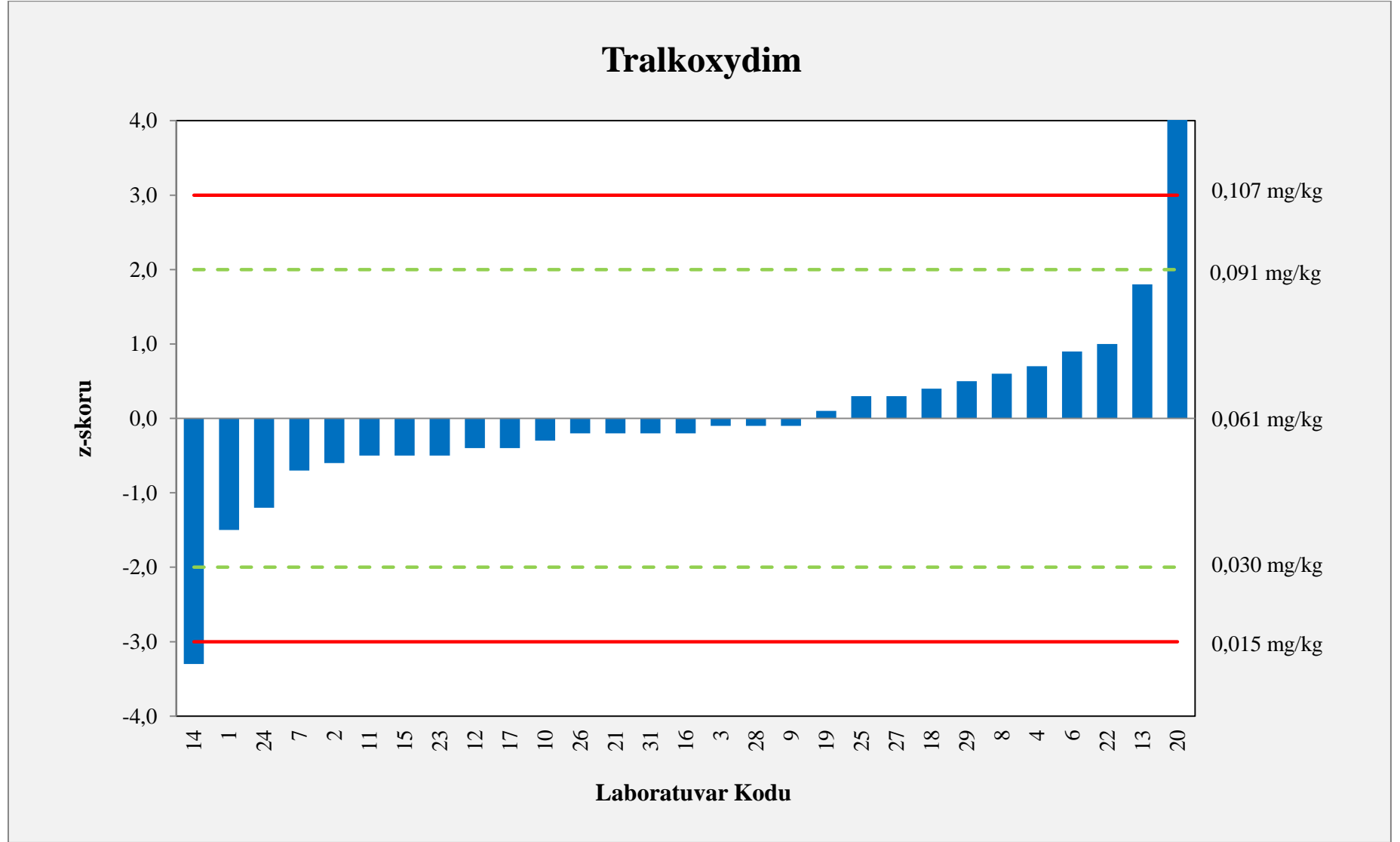
Şekil 7.Heptachlor için z-Skorları Histogramı



Şekil 8.Pyrimethanil için z-Skorları Histogramı



Şekil 9.Tebuconazole için z-Skorları Histogramı



Şekil 10.Tralkoxydim için z-Skorları Histogramı

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 15’te sunulmaktadır.

**Tablo 15.** Katılımcı analiz bilgileri

Akredite metot	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 07 08 09 10 11 12 13 15 16 17 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 32
Hayır	05 06 14 18
Bildirilmedi	31
Metot Kaynağı	Laboratuvar Kodu
AOAC Official Method 2007.01	04 05 06 07 08 10 11 12 13 14 15 16 17 20 21 22 23 24 26 27 28 29 30 31
J AOAC Int Vol:90 No:2 2007	19
J AOAC International Vol.88.No.2,2005	02
EN 15662	01 09 18
DFG S 19	25
Bildirilmedi	03 32
Geri kazanım değeri test materyali ile aynı zamanda çalışılarak mı tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 04 06 07 08 09 10 11 15 16 17 19 20 22 23 24 25 29 31
Hayır	03 05 12 13 14 18 21 26 27 30
Bildirilmedi	28 32
Geri kazanımda yapılan standart ilavesi (mg/kg)	Laboratuvar Kodu
$\geq 0,001 - < 0,005$	12
$\geq 0,01 - < 0,025$	03 07 08 16 17 18 26 27 30 31
$\geq 0,025 - < 0,05$	06 14 24
$\geq 0,05 - < 0,1$	02 04 11 22 29
$> 0,1$	01 09 19 20 23 25
Bildirilmedi	05 10 13 15 21 28 32
Geri kazanımda yapılan standart ilavesi hangi aşamada yapıldı?	Laboratuvar Kodu
Ekstraksiyondan önce	01 02 04 06 07 08 09 10 11 12 14 16 17 18 19 20 21 22 25 26 27 28 29 30 31
Bildirilmedi	03 05 13 15 23 24 32

<b>Türevlendirme</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Evet	11
Hayır	01 02 03 06 07 08 09 10 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 25 26 27 28 29 30 31 32
Bildirilmedi	04 05 23 24
<b>Kalibrasyon yöntemi</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Matriks uyumlu	03 04 06 09 13 16 19 23 24 26 31 32
Solventte	25
Matriks uyumlu-Çok noktalı	02 05 07 08 12 14 15 17 18 20 27 28 29 30
Matriks uyumlu-Tek noktalı	21
Matriks uyumlu-Solventte-Çok noktalı	01
Standart ekleme-Matriks uyumlu-Çok noktalı	10 11 22
<b>Internal standart kullanımı</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Evet	08 09 10 18 22 23 24 28
Hayır	01 02 03 04 05 06 07 11 12 13 14 15 16 17 19 20 21 25 26 27 29 30 31 32
<b>Internal standart adı</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
TPP	09 18 22 28
Ethoprophos,TPP	10
Diethatyl-ethyl (DEE)	08
Bildirilmedi	23 24
<b>GC Metodu-Numune ağırlığı (g)</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
>=1 - <5	22 31
>=5 - <10	01 04 05 06 07 13 15 16 19 21 24 27 28 29 32
>=10 - <20	02 03 08 09 10 11 12 17 18 20 23 30
>=20 - <50	25
Bildirilmedi	14 26
<b>GC Metodu-Ekstraksiyon solventleri</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>
Asetonitril	09 18 24 27 32
% 1 Asetik asitli Asetonitril	01 02 03 04 05 06 07 08 10 11 12 13 15 16 17 19 20 21 22 23 28 29 30 31
Aseton, Asetonitril	25
Bildirilmedi	14 26

GC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Evet	10 11 20 24 27
Hayır	01 02 03 04 05 06 07 08 09 12 13 15 16 17 18 19 21 22 25 29 30 31 32
Bildirilmedi	14 23 26 28
GC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 27 28 29 30 31 32
QuEChERS, DFG S-19	25
Bildirilmedi	02 14 26
GC Metodu-Saflaştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
SPE (dispersive)	01 02 03 04 06 07 08 09 11 12 15 16 17 18 19 20 22 23 24 27 28 29
QuEChERS kiti	05
GPC/HPGPC	25
Yok	13 21 30 31 32
Bildirilmedi	10 14 26
GC Metodu-SPE sorbent tipi	Laboratuvar Kodu
PSA	01 02 03 04 07 08 09 10 11 15 16 19 20 22 23 24 27 28 29
PSA, C18	06 18
C18	12 17
Bildirilmedi	05 13 14 21 25 26 30 31 32
GC Metodu-Kolon dolgu materyali	Laboratuvar Kodu
95% methyl 5% phenylpolysiloxane	01 03 05 06 07 08 10 11 12 13 15 16 17 18 20 21 22 23 24 30
65% methyl 35% phenylpolysiloxane	09 19 25 28 29
5% phenylpolysiloxane	02
5% diphenyl 95% dimethylpolyoxane	04
Bildirilmedi	14 26 27 31 32

GC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
40-300	17
50	08 29
50-250	10
50-280	20
70	07
70-280	11
70-325	18
80-210-320	13
90	16
90-150-190-220-250-285-310	21
100	12
120-280	02
120-200-230-300	06
200	15
250	04
280	22
325	30
350	05
Gradient	19
Bildirilmedi	01 03 09 14 23 24 25 26 27 28 31 32
GC Metodu-Dedektör tipi	Laboratuvar Kodu
MS	01 04 05 11 12 15 17 19 23 28 30 32
MS-MS	02 03 06 07 08 09 13 16 18 20 21 22 27 29
ECD ve MS	25
Bildirilmedi	10 14 24 26 31
GC Metodu-Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
1	01 10 16 20 27 29
1,5	05
2	02 03 04 06 07 09 12 13 17 19 21 22 24 25 30
3	11 18
5	15 23 28
7,5	08
Bildirilmedi	14 26 31 32



LC Metodu-Numune ağırlığı (g)	Laboratuvar Kodu
>=1 - <5	22 31
>=5 - <10	01 04 05 06 07 13 15 16 19 21 24 27 28 29
>=10 - <20	02 03 08 09 10 11 12 14 17 18 20 23 26
>=20 - <50	25
Bildirilmedi	30 32
LC Metodu-Ekstraksiyon solventleri	Laboratuvar Kodu
Asetonitril	09 18 24 25 27
% 1 Asetik asitli Asetonitril	01 02 03 04 05 06 07 08 10 11 12 13 14 15 16 17 19 20 21 22 23 26 28 29 31
Bildirilmedi	30 32
LC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Evet	10 11 20 24 27
Hayır	01 03 04 05 06 07 08 09 12 13 14 15 16 17 18 19 21 22 25 26 29 31
Bildirilmedi	02 23 28 30 32
LC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 26 27 28 29 31
QuEChERS, DFG S-19	25
Bildirilmedi	02 30 32
LC Metodu-Safılaştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
SPE (dispersive)	01 02 03 04 06 07 08 09 11 12 14 15 16 17 18 19 20 22 23 24 26 27 28 29
QuEChERS kiti	05
GPC/HPGPC	25
Yok	13 21 31
Bildirilmedi	10 30 32
LC Metodu-SPE sorbent tipi	Laboratuvar Kodu
PSA	01 02 03 04 07 08 09 10 11 14 15 16 19 20 22 23 24 26 27 28 29
PSA, C18	06 18
C18	12 17
Bildirilmedi	05 13 21 25 30 31 32

LC Metodu-Kolon dolgu materyali	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 14 15 16 17 18 19 20 22 23 24 25 26 28 29
Accucore aQ	13 21
Bildirilmedi	27 30 31 32
LC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
30	02 05 13 16 21
35	07 14 15 28
40	01 03 04 06 08 11 12 17 19 20 23 26 29
45	18
50	22
Bildirilmedi	09 10 24 25 27 30 31 32
LC Metodu-Dedektör tipi	Laboratuvar Kodu
MS-MS	01 02 03 04 05 06 07 08 09 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 25 26 27 28 29
Bildirilmedi	10 24 30 31 32
LC Metodu-Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
1	10 27
2	03 09 14
3	08
4	31
5	02 07 13 15 18 19 20 29
10	01 11 12 17 21 22 26 28
20	04 05 06 16 23 24 25
Bildirilmedi	30 32
LC Metodu-Mobil Faz Bileşenleri	Laboratuvar Kodu
MeOH, Su	02 08 11 14 19 22
5mM Amonyum formatlı Su	01 04 20 26
5mM Amonyum formatlı Metanol	06 09
5 mm Amonyum format	07 25
Amonyum format, MeOH, Su	31
Amonyum format, Formik asit, MeOH	03 05 12 13 15 17 18 21 27 29
Amonyum format, MeOH, Su, Formik asit	16
% 95:5 Su-MeOH 2 mM Amonyum format- formik asit % 5:95 Su-MeOH 2 mM	10 23 24 28 30 32
Amonyum format-formik asit	
Bildirilmedi	

## 7. GÖZLEMLER

Pestisit analizi yapan 32 adet kamu ve özel laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen “PES009 Buğdayda Pestisit Aranması Yeterlilik Testi Çevrimi” sonuçlarına göre; uygun performans ( $|z| \leq 2$ ) oranları Azoxystrobin için % 93, Carboxin için % 89, Chlordane, cis- için % 59, Endosulfan-alpha için % 84, Flutriafol için % 93, HCH-gama (Lindane) için % 86, Heptachlor için % 86, Pyrimethanil için % 89, Tebuconazole için % 90, Tralkoxydim için % 93 olarak tespit edilmiştir (Tablo 7). Sorgulanabilir performans ( $2 < |z| < 3$ ) oranları Azoxystrobin için % 7, Carboxin için % 7, Chlordane, cis- için % 12, Endosulfan-alpha için % 8, Flutriafol için % 3, HCH-gama (Lindane) için % 7, Heptachlor için % 11, Pyrimethanil için % 11, Tebuconazole için % 10, iken, uygun olmayan performans ( $|z| > 3$ ) oranları Carboxin için % 4, Chlordane, cis- için % 29, Endosulfan-alpha için % 8, Flutriafol için % 3, HCH-gama (Lindane) için % 7, Heptachlor için % 3, Tralkoxydim için % 7’dir.

Chlordane, cis- için çevrime katılan 32 katılımcıdan sadece 20 tanesi ilgili aktif maddenin analiz edildiğini bildirerek sonuç iletmıştır. İletilen bu sonuçlar içerisinde 6 katılımcı test materyalinde chlordane, cis- aktif maddesinin tespit edilemediğini bildirmiştir (yanlış negatif sonuç vermiştir). Sonuç bildiren diğer 14 katılımcının sonuçları üzerinden gerçekleştirilen istatistik hesapları neticesinde, atanmış değerin belirsizliğinin yeterlilik testi standart sapmasına kıyasla ihmal edilemeyecek derecede büyük olduğu tespit edilmiş, bu nedenle ilgili aktif madde için atanmış değerin belirsizliğini de içerecek şekilde z’ skoru hesaplanmıştır. Chlordane, cis- için yanlış negatif sonuç veren laboratuvarlardan üç tanesinin Chlordane, trans- için yanlış pozitif sonuç verdiği görülmüştür. İlgili laboratuvarların metotlarında cis- ve trans- izomerler için bir alıkonma süresi karışıklığı olduğu düşünülmektedir.

## 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 GKGM’nin kamu laboratuvarları için 21/08/2015 tarih 28226 sayılı; özel laboratuvarlar için 21/08/2015 tarih 28231 sayılı yazısı
- 4 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.
- 5 <http://quodata.de/en/web%C2%ADservices/QHampel.html>