



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



AB-0015-YT

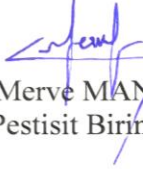
UGRL YT  
Raporu-PES012

09/04/2019



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Balda Naftalin Aranması**  
**UGRL YT Raporu- PES012**  
**Şubat – Nisan 2019**

**GENEL BİLGİLER****YT Çevrimi Adı:** Balda Naftalin Aranması**YT Çevrimi Kodu:** PES012**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 12/02/2019**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 15/03/2019**Rapor Yayın Tarihi:** 09/04/2019**Raporu Hazırlayan(lar):**


H. Merve MANAV  
Pestisit Birimi



Fazıl DİLER  
Pestisit Birimi

**Çevrim Koordinatörü:**


Fazıl DİLER  
Pestisit Birim Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**


Dr.M.Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**Tel.:** 0312 327 41 81 / 1149(dahili)**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.....	11
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	11
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	11
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	11
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z'-SKORLARI.....	12
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	15
7. GÖZLEMLER .....	18
8. REFERANSLAR .....	18

**TABLolar**

Tablo 1. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel deęerlendirme.....	8
Tablo 2. Kararlılık testi verileri ve deęerlendirme .....	9
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile deęerlendirme .....	10
Tablo 4. Naftalin için özet istatistik deęerlendirmesi .....	12
Tablo 5. Atanmış deęer ve yeterlilik standart sapması .....	13
Tablo 6. $ z'  \leq 2$ aralıęında yer alan z'-skoru sayısı ve yüzdesi .....	13
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z'-skorları .....	13
Tablo 8. Katılımcı yorumları .....	15
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	15

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Naftalin z'-skorları histogramı .....	14
--	----

**ÖZET**

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

- Çevrim için başvuruda bulunan 14 katılımcıya, 12/02/2019 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte yaklaşık 150 g test materyali (süzme bal) naftalin analizi için gönderilmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES012 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile toplanmıştır. 14 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, naftalin için atanmış değer ( $X_{pt}$ ), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistik yöntemler ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) uygun Horwitz eşitliği 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.

## 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 fıkrada b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

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

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

## 2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ne gizli olarak bildirilmektedir.

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında 5 kg süzme çiçek balı kullanılmıştır. Bal naftalin varlığı açısından analiz edilmiş ve içerisinde naftalin tespit edilmemiştir. Süzme çiçek balına, yaklaşık 50 µg/kg olacak şekilde naftalin standart çözeltisi katılarak, bal iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir Daha sonra hazırlanan yığın materyal yeterlilik deneyi numunesi kaplarına en az 150 g olacak şekilde aktararak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar +4 °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 Headspace-GC/MS cihazı ile, naftalin-D8 internal standardı kullanılarak gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda 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. İstatiksel değerlendirmede  $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.  $\sigma_{pt}$  hesaplanmasında, aşağıda belirtilen Horwitz eşitliği kullanılmıştır.

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

c: konsantrasyon (homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir)

mr: Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppm=10<sup>-6</sup>)

Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme

Sıra No	Tekrar 1 (A)	Tekrar 2 (B)
1	51,27	49,94
2	54,43	51,85
3	58,87	52,76
4	49,70	58,64
5	54,84	51,81
6	49,52	50,94
7	52,51	51,58
8	55,78	51,46
9	52,62	56,38
10	51,69	51,15
11	50,32	50,54
12	50,68	53,30
<b>Ortalama</b>		52,61
$\sigma_{pt}$		11,57
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik değer)</b>		3,47
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)		1,77
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)		2,72
$s_s$ (örnekler-arası std. sapma)		0,00
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$		<b>GEÇER</b>

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 atanmış değer kullanılarak hesaplanmıştır.

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 4°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 naftalin konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasında oluşan farkın istatistiksel olarak önemli olup olmadığı kontrol edilmiştir.

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 2’te, kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları ise Tablo 3’te verilmektedir.

**Tablo 2.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme

Naftalin (µg/kg)							
	tekrar_1	tekrar_2	ortalama	y1 - y2	$\sigma_{pt}$	kritik değer (0,3 $\sigma_{pt}$ )	y1 - y2   ≤ 0,3 $\sigma_{pt}$
<b>YTM Hazırlama Günü</b>	54,430	51,850					
	49,520	50,940	51,597	---	9,870	---	---
	51,690	51,150					
<b>YTM Gönderimi Öncesi</b>	53,490	49,120					
	48,060	50,470	50,780	0,817	9,870	2,961	GEÇER
	53,850	49,690					
<b>YTM Kargo İletim Günü (maksimum)</b>	49,540	49,400					
	49,160	48,480	50,040	1,557	9,870	2,961	GEÇER
	49,460	54,200					
<b>YT Çevrimi Ortası</b>	51,140	50,030					
	47,780	48,090	49,285	2,312	9,870	2,961	GEÇER
	49,880	48,790					
<b>Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası</b>	54,280	48,880					
	48,520	49,370	49,812	1,785	9,870	2,961	GEÇER
	49,300	48,520					
<b>YTM</b>	<b>KARARLI</b>						

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme

Naftalin (µg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	54,430	53,490	49,540	51,140	54,280	
	51,850	49,120	49,400	50,030	48,880	
	49,520	48,060	49,160	47,780	48,520	
	50,940	50,470	48,480	48,090	49,370	
	51,690	53,850	49,460	49,880	49,300	
	51,150	49,690	54,200	48,790	48,520	
Toplam	309,580	304,680	300,240	295,710	298,870	
Ortalama	51,597	50,780	50,040	49,285	49,812	50,303
Varyans	2,608787	5,641440	4,301920	1,657630	4,925537	19,135313

*Cochran's* 0,2962

*k=5 grup, n-1=5 SD, %95* 0,544

*Varyansların homojenliği*

GEÇER

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	19,254780	4	4,813695	1,263562811	0,31051824	2,75871047
Grup içi	95,24051667	25	3,809620667			
Toplam	114,4952967	29				

*F < F kritik ?*

GEÇER

YTM KARARLI

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (süzme bal), 12/02/2019 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.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan yeterlilik test materyalinde tespit ettikleri naftalin miktarını “µg/kg” cinsinden, virgülden sonra bir haneli olacak şekilde ve geri kazanım düzeltmesi yapmadan ilgili çevrime ait **YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ na kaydetmeleri istenmiştir. Katılımcılardan ayrıca; kullanılan analiz tekniği geri kazanım değeri tespit edilmesine olanak sağlıyorsa geri kazanım değeri, ölçüm limiti (LOQ), kullanılan teknik ve MS ile doğrulama

bilgilerinin de forma kaydedilmesi ve formun ikinci kısmında yer alan “Analiz ile İlgili Bilgiler” tablosunun doldurulması istenmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Naftalin için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.<sup>3</sup>

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında, istatistiksel modelden tahmin yolu seçilerek aşağıda verilen Horwitz eşitliği kullanılmıştır:

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

c: konsantrasyon (Atanmış değer) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir)

mr: Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppm= $10^{-6}$ )

### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> 'na göre hesaplanmıştır. Atanmış değer belirsizliğinin ( $u(X_{pt})$ ), YT standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) kıyasla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu tespit edilmiştir.  $u(X_{pt}) < 0,3 \sigma_{pt}$  koşulu sağlanamadığından atanmış değer belirsizliği ihmal edilememiş ve z-skorunun yerine atanmış değer belirsizliğini de içeren z' (z prime) skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{[\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})]}}$$

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

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

$z'$ -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 belirsizlik değeri aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

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

$p$ : Katılımcı sayısı

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

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

**Tablo 4.** Naftalin İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

Naftalin	
Sonuç sayısı	14
Sonuç aralığı ( $\mu\text{g/kg}$ )	30,5 – 111,9
Sonuçların ortancası ( $\mu\text{g/kg}$ )	44,5
Sonuçların ortalaması ( $\mu\text{g/kg}$ )	48,7
Atanmış değer( $\mu\text{g/kg}$ )	<b>44,9</b>
Sağlam standart sapma ( $\mu\text{g/kg}$ )	9,4
$ z'  \leq 2$ sonuç sayısı	13
$2 <  z'  < 3$ sonuç sayısı	0
$ z'  \geq 3$ sonuç sayısı	1

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

Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	Belirsizlik ( $u(X_{pt})$ )	Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )
Naftalin	14	44,9	3,1	9,9

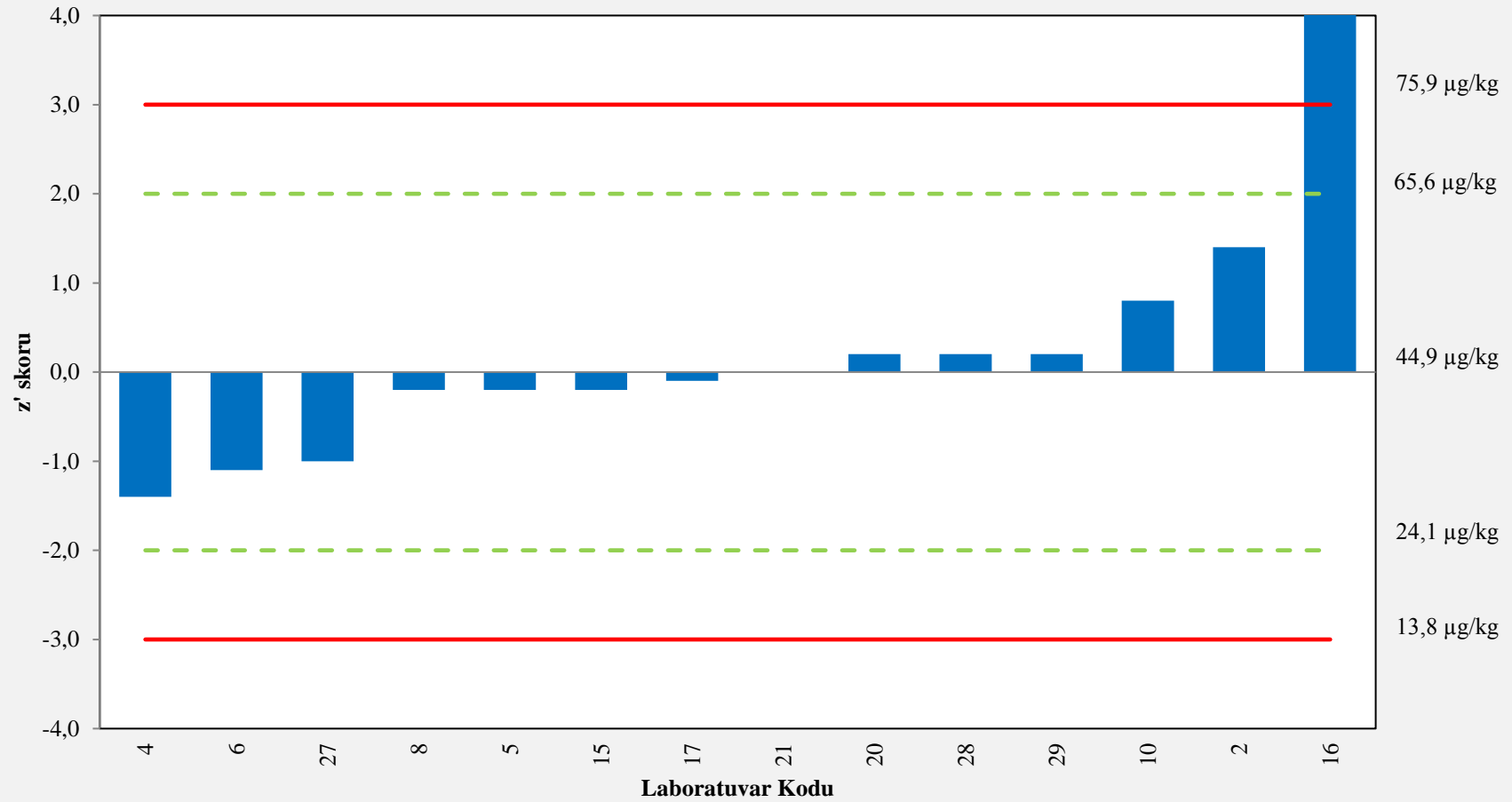
**Tablo 6.**  $|z'| \leq 2$  Aralığında Yer Alan z'-Skoru Sayısı ve Yüzdesi

Analit	$ z'  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z'  \leq 2$ yüzdesi (%)
Naftalin	13	14	93

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

Lab. Kodu	Naftalin			
	Atanmış Değer	44,9 $\mu\text{g/kg}$		
	Sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Geri Kazanım (%)	LOQ ( $\mu\text{g/kg}$ )	z'-skoru
02	59,8	105	2	1,4
04	30,5	95,71	10	-1,4
05	42,91	Bildirilmedi	5	-0,2
06	33,73	105	2	-1,1
08	42,5	100	8,5	-0,2
10	53,2	78,7	5	0,8
15	43,1	114,6	5,89	-0,2
16	111,9	114	5	<b>6,5</b>
17	44,075	98	5	-0,1
20	46,88	Bildirilmedi	5	0,2
21	45,00	96	2	0,0
27	34,00	Bildirilmedi	1	-1,0
28	47,00	96	1	0,2
29	47,4	98	10	0,2

## Naftalin



Şekil 1. Naftalin z'-skorları Histogramı

**Tablo 8.** Katılımcı Yorumları

Lab Kodu	Yorum*
20	Geçen seneki sonuç bildirim formunuz doldurulması daha kolay bir formdu. Daha kolaylaştırılabilir hale getirmenizi rica ederiz.

\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9’de sunulmaktadır.

**Tablo 9.** Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite metot	Laboratuvar Kodu
Evet	10 16 20 27
Hayır	02 04 05 06 08 15 21
Bildirilmedi	17 28 29
Metot Kaynağı	Laboratuvar Kodu
AOAC (1998) 829, 267-269	05
İşletme İçi Metot	29
İşletme İçi Metot (Analytical Science November 2009 ,Vol 25 )	04
Inhouse metod, 2000	15
Journal of chromatography A, 829 (1998) 269– 277 (Modifiye)	02
Journal of Chromatography A, 1998, Vol.829	06
Journal of Apiproduct and Apimedical Science 2(3):87-92, 2010(Modifiye)	10 20
Jounal Of Chromotography A, 829 (1-2), 269- 277, 1998, Journal of ApiProduct and ApiMedical Science 2 (3), 87-92, 2010.	08
J.ApiProduct & ApiMedical Science 2010 (3), 87-92,	16
Analytical Science November 2009 Vol.25 Simple Isotope Headspace GC-MS	21
Determination of 1,4-dichlorobenzene, 17 naphthalene and thymol residues in honey using static headspace coupled with GC-MS (Modifiye edilerek uygulanmıştır.)	17
Journal of Chr.A, 1083	28
...e analysis of honey samples for residues of nitrobenzene and petroleum from th...	27

<b>Geri kazanım değeri test materyali ile aynı zamanda çalışılarak mı tespit edildi?</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Evet	06	08	15	16	17	21	28						
Hayır	02	04	05	10	27	29							
Bildirilmedi	20												
<b>Geri kazanımda yapılan standart ilavesi (mg/kg)</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
$\geq 0,005 - < 0,010$	02												
$\geq 0,010 - < 0,025$	04	15	21	29									
$\geq 0,025 - < 0,050$	06	28											
$\geq 0,050 - < 0,100$	08	10	17										
$\geq 0,100$	16												
Bildirilmedi	05	20	27										
<b>Geri kazanımda yapılan standart ilavesi hangi aşamada yapıldı?</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Ekstraksiyondan önce	02	04	06	08	10	15	16	17	21	29			
Cihaza verilmeden önce	28												
Bildirilmedi	05	20	27										
<b>Türevlendirme</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Hayır	02	04	05	06	08	10	15	16	17	20	27	28	29
Bildirilmedi	21												
<b>Kalibrasyon yöntemi</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Çok noktalı	05												
Matriks uyumlu	28												
Matriks uyumlu-Çok noktalı	06	16	21	27									
Matriks uyumlu, Standart Ekleme, Solventte	04												
Solventte - Çok noktalı	20	29											
Standart ekleme	08	17											
Standart ekleme-Çok noktalı	10	15											
Standart ekleme-Matriks uyumlu-Çok noktalı	02												
<b>Internal standart kullanımı</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Evet	02	04	06	08	16	17	21	27	28	29			
Hayır	05	10	15	20									
<b>Internal standart adı</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Naftalin D8	02	04	06	08	16	17	21	27	28	29			
<b>GC Metodu-Numune ağırlığı (g)</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
$\geq 1 - < 5$	02	04	05	06	08	10	15	16	17	21	28	29	
$\geq 5 - < 10$	20	27											
<b>GC Metodu-Ekstraksiyon solventleri</b>	<b>Laboratuvar Kodu</b>												
Su	02	04	05	06	08	10	15	16	17	20	21	29	
Bildirilmedi	27	28											



GC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Hayır	02 04 05 06 08 10 15 16 17 20 21 27 29
Bildirilmedi	28
GC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
Çözme/çözündürme	15
Headspace	04 10 16 17 20 21 27 28
Sıvı-sıvı dağılımı	02 05 06
SPME	08 29
GC Metodu-Saflaştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
SPME	02 06 08 15 17
Yok	04 05 10 16 20 21 27 29
Bildirilmedi	28
GC Metodu-SPE sorbent tipi	Laboratuvar Kodu
100 µm polydimethylsiloxane	06
Bildirilmedi	02 04 05 08 10 15 16 20 21 27 28 29
Diğer	17
GC Metodu-Kolon dolgu materyali	Laboratuvar Kodu
95% methyl 5% phenylpolysiloxane	02 04 05 06 08 15 16 17 21 28 29
Dipheny %95 polysiloxane	20
Poliethylene glikol(PEG)	10 27
GC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
50-250	06 08
70-250	15
200	04
230	27
250	05 10 20 21
260	16
50°C 1 Dk. 50°C-125°C 25°C/dk	29
Bildirilmedi	02 17 28
GC Metodu-Dedektör tipi	Laboratuvar Kodu
MS	02 04 06 08 10 15 16 17 20 21 27 28 29
MS-MS	05
GC Metodu-Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
1	16
5	21
500	04
800	05
1500	10 20
Bildirilmedi	02 06 08 15 17 27 29

Mobil faz bileşenleri	Laboratuvar Kodu
He	5 27

## 7. GÖZLEMLER

Balda naftalin analiz ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarların katılımıyla gerçekleştirilen PES012 - Balda Naftalin Analizi Yeterlilik Testi sonuçlarına göre; uygun performans ( $|z'| \leq 2$ ) oranı % 93 olarak tespit edilmiştir.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz metot bilgileri incelendiğinde, 4 katılımcının analizde akredite olduğu, 7 katılımcının akredite olmadığı ve 3 katılımcının bu konuda bilgi vermediği görülmektedir. Analizde genel olarak 1-5 g aralığında numune ile ekstraksiyon yapıldığı, ekstraksiyonun su ile gerçekleştirildiği, internal standart kullanıldığı ve Headspace GC/MS tekniğinin daha çok kullanıldığı görülmektedir.

## 8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 Analytical Methods Committee, Robust statistics-how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.