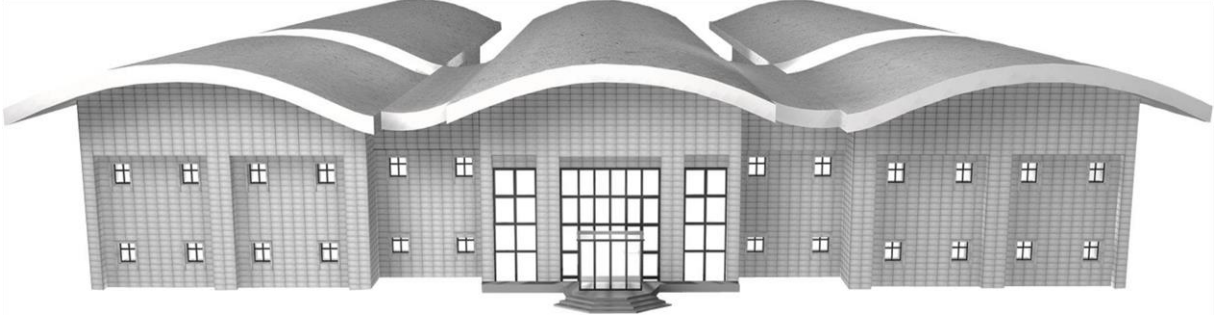





T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması
UGRL YT Raporu-PES014-Revizyon(1)
Mart-Mayıs 2020

GENEL BİLGİLER**YT Çevrim Kodu ve Adı:** PES014 - Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 03/03/2020**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 01/04/2020**Rapor Yayın Tarihi:** 05/08/2020**Raporu Hazırlayan(lar):**
Hesna Merve MANAV
Fazıl DİLER**Çevrim Koordinatörü:**
Hesna Merve MANAV**YT Koordinatörü:**
M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu**Raporu Onaylayan:**
Zeynep Tuba BURKAN
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.....	7
2. GİZLİLİK.....	7
3. TEST MATERYALİ.....	7
3.1.HAZIRLAMA.....	7
3.2.HOMOJENLİK VE KARARLILIK.....	8
3.3.DAĞITIM.....	15
4. SONUÇLAR.....	15
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	16
5.1.ATANMIŞ DEĞER.....	16
5.2.YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	16
5.3.PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	16
5.4.KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	17
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	27
7. GÖZLEMLER.....	34
8. REFERANSLAR.....	35

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	6
Tablo 2. Homojenlik testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi	10
Tablo 3. Kararlılık testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi	11
Tablo 4. Analitler için özet istatistik değerlendirmesi.....	18
Tablo 5. Analitler için atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları	18
Tablo 6. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	19
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları	20
Tablo 8. Katılımcı yorumları.....	27
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	27
Tablo 10. Yanlış negatif sonuç veren katılımcılar.....	34

ŞEKİLLER

Şekil 1. z-Skorları Histogramı (4,4-DDE, Deltamethrin, Dieldrin, Dodine).....	24
Şekil 2. z-Skorları Histogramı (Haloxypop, HCH_delta, Linuron, Oxamyl)	25
Şekil 3. z-Skorları Histogramı (Propiconazole, Sethoxydim)	26

ÖZET

Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 37 katılımcıya, 03/03/2020 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte blank ve test materyali (öğütülmüş pirinç) gönderilmiştir. Katılımcılardan 220 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Test materyali şu pestisitleri içermektedir: 4,4-DDE, Deltamethrin, Dieldrin, Dodine, Haloxyfop, HCH_delta, Linuron, Oxamyl, Propiconazole, Sethoxydim.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES014 kodlu çevrime özgü “**PES014-Analiz Sonuç Bildirim Formu**” ile toplanmıştır. 37 katılımcının, 35 tanesi analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına² 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 (σ_{pt}), AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ 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 (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- PES014 kodlu Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması Yeterlilik Testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.
- Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.
- **Bir önceki raporda analitlere ait yeterlilik standart sapmasının (σ_{pt}) atanmış değerinin % 25’i alınması gerekirken, Thompson modifiye Horwitz yöntemiyle hesaplanması sonucunda performans değerlendirmelerinde hatalar oluşmuştur. Bunun neticesinde her bir analiz için yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) tekrar hesaplanarak performans değerlendirmeleri düzeltilmiş ve rapor revize edilmiştir.**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	$ z \leq 2$ skor sayısı	z-skoru hesaplanan katılımcı sayısı	% $ z \leq 2$
4,4-DDE	0,099	30	31	97
Deltamethrin	0,079	33	33	100
Dieldrin	0,148	32	32	100
Dodine	0,232	27	28	96
Haloxifop	0,064	18	21	86
HCH_delta	0,197	30	30	100
Linuron	0,060	34	34	100
Oxamyl	0,064	32	32	100
Propiconazole	0,126	35	35	100
Sethoxydim	0,162	28	31	90

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’nün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik”in 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 hazırlanmasında 9 kg pirinç kullanılmıştır. Yaklaşık 4 kg pirinç, blank olarak kullanılmak üzere ayrılmıştır. Blank pirinç analiz edilmiş ve 0,010 mg/kg raporlama

limitine göre içerisinde hedef listede yer alan herhangi bir pestisit kalıntısı tespit edilmemiştir. Test materyali hazırlanmasında kullanılmak üzere ayrılan yaklaşık 5 kg pirince; 10 farklı pestisit ilave edilmiş (4,4-DDE, Deltamethrin, Dieldrin, Dodine, Haloxypop, HCH_delta, Linuron, Oxamyl, Propiconazole, Sethoxydim) ve homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan blank ve test materyali, alüminyum ambalajlara tartılarak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C’de muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler LC/MS/MS ve GC/MS/MS 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. İstatiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. σ_{pt} hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Homojenlik testi için σ_{pt} , 0,25 relatif standart sapma değerinin homojenlik testi ortalaması ile çarpılması ile elde edilmiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik testi verilerinin istatiksel değerlendirmesi Tablo 2’de verilmektedir.

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı² 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. σ_{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 tarihinde 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.

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

ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3’te verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verilerinin istatistiksel deęerlendirmesi

	4,4-DDE (mg/kg)	Deltamethrin (mg/kg)	Dieldrin (mg/kg)	Dodine (mg/kg)	Haloxypop (mg/kg)
Ortalama	0,12	0,08	0,19	0,27	0,10
σ_{pt}	0,03	0,02	0,05	0,07	0,03
0,3 x σ_{pt} (kritik deęer)	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01
s_x (ör. ort. std. sapması)	0,01	0,01	0,02	0,02	0,01
s_w (ör.-içi std. sapma)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
s_s (ör.-arası std.sapma)	0,01	0,00	0,01	0,02	0,00
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER
	HCH_delta (mg/kg)	Linuron (mg/kg)	Oxamyl (mg/kg)	Propiconazole (mg/kg)	Sethoxydim (mg/kg)
Ortalama	0,21	0,06	0,07	0,16	0,16
σ_{pt}	0,05	0,02	0,02	0,04	0,04
0,3 x σ_{pt} (kritik deęer)	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01
s_x (ör. ort. std. sapması)	0,02	0,01	0,00	0,01	0,01
s_w (ör.-içi std. sapma)	0,02	0,00	0,00	0,01	0,01
s_s (ör.-arası std.sapma)	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER

UGRL YT Raporu–PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

Tablo 3. Kararlılık testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi

	4,4-DDE (mg/kg)							Deltamethrin (mg/kg)							Dieldrin (mg/kg)							
	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σ_{pt}	kritik değer (0.3 σ_{pt})	$ y1 - y2 \leq 0,3\sigma_{pt}$	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σ_{pt}	kritik değer (0.3 σ_{pt})	$ y1 - y2 \leq 0,3\sigma_{pt}$	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σ_{pt}	kritik değer (0.3 σ_{pt})	$ y1 - y2 \leq 0,3\sigma_{pt}$	
YTM Hazırlama Günü	0,120	0,110						0,080	0,080						0,180	0,160						
	0,090	0,110	0,108	---	---	---	---	0,090	0,080	0,083	---	---	---	---	0,170	0,160	0,167	---	---	---	---	---
	0,110	0,110						0,090	0,080						0,180	0,150						
YTM Gönderimi Öncesi	0,110	0,110						0,080	0,080						0,180	0,180						
	0,110	0,100	0,107	0,002	0,030	0,009	GEÇER	0,080	0,070	0,078	0,005	0,030	0,009	GEÇER	0,180	0,180	0,178	0,012	0,048	0,014	GEÇER	
	0,100	0,110						0,080	0,080						0,170	0,180						
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,110	0,100						0,080	0,080						0,190	0,190						
	0,096	0,110	0,099	0,009	0,030	0,009	GEÇER	0,080	0,070	0,075	0,008	0,030	0,009	GEÇER	0,150	0,160	0,168	0,002	0,048	0,014	GEÇER	
	0,090	0,090						0,070	0,070						0,150	0,170						
YT Çevrimi Ortası	0,100	0,110						0,080	0,070						0,150	0,160						
	0,090	0,100	0,100	0,008	0,030	0,009	GEÇER	0,070	0,070	0,075	0,008	0,030	0,009	GEÇER	0,130	0,140	0,153	0,013	0,048	0,014	GEÇER	
	0,100	0,100						0,080	0,080						0,170	0,170						
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,102	0,110						0,080	0,090						0,180	0,190						
	0,102	0,098	0,099	0,009	0,030	0,009	GEÇER	0,080	0,080	0,080	0,003	0,030	0,009	GEÇER	0,180	0,170	0,180	0,013	0,048	0,014	GEÇER	
	0,095	0,090						0,080	0,070						0,190	0,170						

YTM KARARLI

YTM KARARLI

YTM KARARLI

UGRL YT Raporu-PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

Tablo 3 (Devamı). Kararlılık testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi

	Dodine (mg/kg)							Haloxfop (mg/kg)							HCH_delta (mg/kg)							
	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	
YTM Hazırlama Günü	0,250	0,240						0,100	0,090						0,200	0,190						
	0,260	0,220	0,247	---	---	---	---	0,100	0,090	0,097	---	---	---	---	0,190	0,180	0,185	---	---	---	---	---
	0,260	0,250						0,100	0,100						0,200	0,150						
YTM Gönderimi Öncesi	0,260	0,260						0,090	0,100						0,190	0,200						
	0,260	0,250	0,253	0,007	0,030	0,009	GEÇER	0,100	0,100	0,097	0,000	0,030	0,009	GEÇER	0,210	0,190	0,192	0,007	0,053	0,016	GEÇER	
	0,240	0,250						0,090	0,100						0,180	0,180						
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,270	0,270						0,100	0,100						0,190	0,170						
	0,220	0,250	0,245	0,002	0,030	0,009	GEÇER	0,090	0,090	0,092	0,005	0,030	0,009	GEÇER	0,140	0,190	0,172	0,013	0,053	0,016	GEÇER	
	0,220	0,240						0,080	0,090						0,220	0,120						
YT Çevrimi Ortası	0,260	0,250						0,090	0,080						0,180	0,190						
	0,220	0,220	0,243	0,003	0,030	0,009	GEÇER	0,090	0,090	0,088	0,008	0,030	0,009	GEÇER	0,150	0,150	0,173	0,012	0,053	0,016	GEÇER	
	0,260	0,250						0,090	0,090						0,190	0,180						
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,260	0,280						0,100	0,110						0,210	0,200						
	0,260	0,250	0,252	0,005	0,030	0,009	GEÇER	0,110	0,100	0,105	0,008	0,030	0,009	GEÇER	0,200	0,200	0,198	0,013	0,053	0,016	GEÇER	
	0,240	0,220						0,100	0,110						0,200	0,180						

YTM KARARLI

YTM KARARLI

YTM KARARLI

UGRL YT Raporu-PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

Tablo 3 (Devamı). Kararlılık testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi

	Linuron (mg/kg)							Oxamyl (mg/kg)							Propiconazole (mg/kg)							
	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	σpt	kritik değer (0,3σpt)	y1 - y2 ≤ 0,3σpt	
YTM Hazırlama Günü	0,060	0,050						0,070	0,060						0,150	0,130						
	0,070	0,070	0,062	---	---	---	---	0,070	0,060	0,065	---	---	---	---	0,140	0,140	0,142	---	---	---	---	---
	0,060	0,060						0,070	0,060						0,150	0,140						
YTM Gönderimi Öncesi	0,070	0,060						0,070	0,070						0,160	0,160						
	0,070	0,060	0,067	0,005	0,020	0,006	GEÇER	0,070	0,060	0,067	0,002	0,020	0,006	GEÇER	0,140	0,150	0,153	0,012	0,040	0,012	GEÇER	
	0,070	0,070						0,060	0,070						0,150	0,160						
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,070	0,070						0,070	0,070						0,150	0,150						
	0,060	0,060	0,063	0,002	0,020	0,006	GEÇER	0,060	0,060	0,063	0,002	0,020	0,006	GEÇER	0,130	0,140	0,138	0,003	0,040	0,012	GEÇER	
	0,060	0,060						0,060	0,060						0,130	0,130						
YT Çevrimi Ortası	0,060	0,050						0,070	0,060						0,140	0,140						
	0,060	0,050	0,057	0,005	0,020	0,006	GEÇER	0,060	0,060	0,065	0,000	0,020	0,006	GEÇER	0,120	0,120	0,135	0,007	0,040	0,012	GEÇER	
	0,060	0,060						0,070	0,070						0,140	0,150						
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,070	0,070						0,070	0,070						0,150	0,160						
	0,070	0,060	0,065	0,003	0,020	0,006	GEÇER	0,070	0,070	0,068	0,003	0,020	0,006	GEÇER	0,150	0,140	0,147	0,005	0,040	0,012	GEÇER	
	0,060	0,060						0,070	0,060						0,150	0,130						

YTM KARARLI

YTM KARARLI

YTM KARARLI

UGRL YT Raporu-PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT

UGRL YT Raporu
PES014-Rev.(1)

08-20

Tablo 3 (Devamı). Kararlılık testi verilerinin istatistiksel deęerlendirmesi

Sethoxydim (mg/kg)							
	tekrar_1	tekrar_2	Ort.	y1 - y2	opt	kritik deęer (0.3opt)	y1 - y2 ≤ 0,3opt
YTM Hazırlama Günü	0,14	0,14					
	0,15	0,15	0,143	---	---	---	---
	0,15	0,13					
YTM Gonderimi Öncesi	0,15	0,16					
	0,18	0,14	0,155	0,012	0,040	0,012	GEÇER
	0,14	0,16					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,14	0,14					
	0,13	0,13	0,132	0,012	0,040	0,012	GEÇER
	0,13	0,12					
YT Çevrimi Ortası	0,140	0,140					
	0,130	0,120	0,135	0,008	0,040	0,012	GEÇER
	0,140	0,140					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,140	0,160					
	0,140	0,130	0,137	0,007	0,040	0,012	GEÇER
	0,130	0,120					

YTM KARARLI

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali ve blank materyal (öğütülmüş pirinç), 03/03/2020 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 “**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**” nun sonunda yer alan 220 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcıların sonuçları <http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans> adresinden “**YETERLİLİK TESTLERİ**” menüsündeki “**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**” sekmesi altında yer alan ilgili çevrime ait “**PES014-Analiz Sonuç Bildirim Formu**” nu elektronik ortamda doldurduktan sonra başvuru formunda belirttikleri kurum veya yetkili kişi e-posta adreslerini kullanarak Çevrim Koordinatörü e-posta adresi ile UGRL e-posta adresinin (ugrl@tarimorman.gov.tr) her ikisine birden göndermeleri istenmiştir.

Ayrıca katılımcılardan aşağıda belirtilen uyarılara dikkat etmeleri istenmiştir.

- Test materyali “PES014-Hedef Liste” içerisinde bir ya da birden fazla pestisiti içerebilir.
- PES014-ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU, hedef liste içerisinde yer alan tüm pestisitleri içerecek şekilde hazırlanmıştır.
- Sonuçlar “mg/kg” cinsinden, virgülden sonra üç haneli olacak şekilde ve geri kazanım düzeltmesi yapılmadan verilmelidir.
- Analiz edilen ancak test materyalinde tespit edilemeyen pestisitler için bu bölüme ‘Tespit edilemedi’ ifadesi yazılmalıdır. Bu bölümü boş bırakırsanız "Analiz edilmedi" olarak değerlendirilecektir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 37 laboratuvarın 35 tanesi (% 98) analiz sonucu bildirmiştir.

Katılımcı laboratuvar, test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ise, bildirdiği ölçüm limiti (LOQ) -2,0 z-skoruna karşılık gelen değerden düşük olduğu takdirde; 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, bildirdiği ölçüm limiti (LOQ) -2,0 z-skoruna karşılık gelen değerden yüksek olduğu takdirde; o laboratuvara ait sonuç $< LOQ$ olarak değerlendirilmekte ve z-skoru hesaplanmamaktadır.

Katılımcı laboratuvar, test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ve ölçüm limiti (LOQ) değerini de 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. Tüm pestisitler için katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.⁴

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Her bir pestisit için σ_{pt} aşağıda belirtilen formülle hesaplanmıştır:

$$\sigma_{pt} = 0,25 \cdot x_{pt}$$

x_{pt} : Atanmış değer

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı² ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

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

X_i : Katılımcı sonucu

x_{pt} : Atanmış değer

σ_{pt} : Yeterlilik standart sapması

z-skoru, yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır⁵.

$$|z| \leq 2 \quad \text{Uygun}$$

$$|z| > 2 \quad \text{Uygun Değil}$$

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

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

s*: Sağlam (robust) standart sapma

Haloxyfop ve Sethoxydim analitlerinde atanmış değer belirsizliğinin ($u(x_{pt})$), YT standart sapmasına (σ_{pt}) kıyasla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğu tespit edilmiştir. $u(x_{pt}) < 0,3 \sigma_{pt}$ koşulu sağlanmadığından 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

σ_{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 yorumlanmaktadır⁵.

$$|z'| \leq 2 \quad \text{Uygun}$$

$$|z'| > 2 \quad \text{Uygun Değil}$$

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4'te, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların “**PES014-Analiz Sonuç Bildirim Formu**” aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar ve bu sonuçlar üzerinden hesaplanan z-skorları Tablo 7'de özetlenmekte ve Şekil 1-3 arasında histogram ile gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 8'de verilmektedir.

Tablo 4. Analitler için özet istatistik değerlendirmesi

	4,4-DDE	Deltamethrin	Dieldrin	Dodine	Haloxypop	HCH_delta	Linuron	Oxamyl	Propiconazole	Sethoxydim
z-skoru hesaplanan katılımcı sayısı	31	33	32	28	21	30	34	32	35	31
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,078-0,124	0,043-0,108	0,089-0,197	0,076-0,303	0,032-0,091	0,099-0,244	0,038-0,079	0,036-0,081	0,090-0,184	0,100-0,280
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,101	0,081	0,146	0,235	0,066	0,195	0,060	0,065	0,127	0,147
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,099	0,078	0,147	0,228	0,063	0,195	0,061	0,063	0,127	0,165
Atanmış değer(mg/kg)	0,099	0,079	0,148	0,232	0,064	0,197	0,060	0,064	0,126	0,162
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,011	0,012	0,014	0,049	0,017	0,023	0,007	0,009	0,017	0,052
 z ≤ 2 sonuç sayısı	30	33	32	27	18	30	34	32	35	28
 z > 2 sonuç sayısı	1	0	0	1	3	0	0	0	0	3

Tablo 5. Analitler için atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları

Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Belirsizlik (u(x_{pt}))	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) (mg/kg)
4,4-DDE	31	0,099	0,002	0,025
Deltamethrin	33	0,079	0,003	0,020
Dieldrin	32	0,148	0,003	0,037
Dodine	28	0,232	0,012	0,058
Haloxypop	21	0,064	0,005	0,016
HCH_delta	30	0,197	0,005	0,049
Linuron	34	0,060	0,002	0,015
Oxamyl	32	0,064	0,002	0,016
Propiconazole	35	0,126	0,004	0,032
Sethoxydim	31	0,162	0,012	0,040

Tablo 6. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	z-skoru hesaplanan katılımcı sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$
4,4-DDE	31	30	97
Deltamethrin	33	33	100
Dieldrin	32	32	100
Dodine	28	27	96
Haloxypop	21	18	86
HCH_delta	30	30	100
Linuron	34	34	100
Oxamyl	32	32	100
Propiconazole	35	35	100
Sethoxydim	31	28	90

UGRL YT Raporu–PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

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

KOD	DDE-p,p'				Deltamethrin				Dieldrin				Dodine				Haloxypop			
	Atanmış Değer	0,099 mg/kg			Atanmış Değer	0,079 mg/kg			Atanmış Değer	0,148 mg/kg			Atanmış Değer	0,232 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z'-skoru
1	0,124			1,0	0,071			-0,4	0,197			1,3	0,121			-1,9	0,077			0,8
2	0,09	98	0,005	-0,4	0,108	98	0,005	1,5	0,182	90	0,005	0,9	0,298	98	0,005	1,1	0,05	97	0,005	-0,9
3	0,105	100	0,01	0,2	0,089	99	0,01	0,5	0,146	108	0,01	-0,1	0,243	80	0,01	0,2	0,081	80	0,01	1,1
4	0,106		0,01	0,3	0,091		0,01	0,6	0,141		0,01	-0,2	0,241		0,01	0,2	0,076		0,01	0,8
5	0,09	89,73	0,01	-0,4	0,068	84,49	0,01	-0,5	0,147	98,28	0,01	0,0								
6																				
7	0,106	95	0,005	0,3	0,081	107	0,005	0,1	0,184	96	0,005	1,0	0,16	97	0,005	-1,2	0,035	95	0,005	-1,8
8	0,099	75	0,01	0,0	0,083	80	0,01	0,2	0,157	80	0,01	0,2	0,248	79	0,01	0,3	0,066	80	0,01	0,2
9	0,09	98	0,01	-0,4	0,084	91	0,01	0,3	0,141	112	0,01	-0,2					0,057	100	0,01	-0,4
10	Sonuç gönderilmedi																			
11	0,09	100	0,01	-0,4	0,084	102	0,01	0,3	0,134	100	0,01	-0,4	0,287	75	0,01	0,9				
12	0,078	92	0,01	-0,9	0,082	86	0,01	0,2	0,141	93	0,01	-0,2	0,284	94	0,01	0,9	0,064	77	0,01	0,0
13	0,09	95,7	0,01	-0,4	0,061	95,4	0,01	-0,9	0,154	96,8	0,01	0,2	0,296	98,4	0,01	1,1	0,067	94,6	0,01	0,2
14	0,078	79	0,01	-0,9	0,062	97	0,01	-0,8	0,089	87	0,01	-1,6	0,16	90	0,01	-1,2	0,032	90	0,01	-2,0
15	0,101	93	0,01	0,1	0,081	96	0,01	0,1	0,165	94	0,01	0,5	Analiz Edilmedi				Analiz Edilmedi			
16	0,099	87	0,01	0,0	0,07	97	0,01	-0,4	0,15	92	0,01	0,0	0,186	92	0,01	-0,8	0,05	83	0,01	-0,9
17	Analiz Edilmedi				0,087	81	0,01	0,4	Analiz Edilmedi				Analiz Edilmedi				Tespit Edileme		0,01	-3,4
18	Tespit Edileme			-4,0	0,081	90,54	0,01	0,1	0,146	93,49	0,01	-0,1	0,195	83,99	0,01	-0,6	0,052	96,1	0,01	-0,7

UGRL YT Raporu-PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

KOD	DDE-p,p'				Deltamethrin				Dieldrin				Dodine				Haloxypop			
	Atanmış Değer	0,099 mg/kg			Atanmış Değer	0,079 mg/kg			Atanmış Değer	0,148 mg/kg			Atanmış Değer	0,232 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z'-skoru
19	0,102	99	0,01	0,1	0,085	98	0,01	0,3	0,15	97	0,01	0,0	0,23	96	0,01	0,0				
20	0,115	97	0,01	0,6	0,087	82	0,01	0,4	0,151	96	0,01	0,1	0,25	96	0,01	0,3				
21	0,101	93	0,01	0,1	0,081	104	0,01	0,1	0,144	113	0,01	-0,1			0,01				0,01	
22													0,303	80	0,01	1,2				
23	0,105	92	0,01	0,2	0,09	86	0,01	0,6	0,146	97	0,01	-0,1	0,25	88	0,01	0,3	0,085	72	0,01	1,4
24	0,084	78,9	0,01	-0,6	0,086	90,2	0,01	0,4	0,144	82,3	0,01	-0,1								
25	Sonuç gönderilmedi																			
26	0,09	100,42	0,01	-0,4	0,065	93,94	0,01	-0,7	0,111	90,41	0,01	-1,0	0,241	114,055	0,01	0,2	0,068	89,32	0,01	0,3
27	0,111	94	0,01	0,5	0,085	96	0,01	0,3	0,151	111	0,01	0,1	0,245	103	0,01	0,2	0,057	94	0,01	-0,4
28	0,107	97,64	0,01	0,3	0,054	101,1	0,01	-1,3	0,161	92,27	0,01	0,3	0,076	94,44	0,01	-2,7	0,078	103,33	0,01	0,9
29	0,101	88	0,01	0,1	0,079	90	0,01	0,0	0,145	84	0,01	-0,1	0,278	96	0,01	0,8	0,066	90	0,01	0,2
30	0,09	90	0,01	-0,4	0,075	88	0,01	-0,2	0,118	80	0,01	-0,8	0,196	80	0,01	-0,6				
31	0,09		0,01	-0,4	0,072		0,01	-0,3	0,113		0,01	-0,9	0,22		0,01	-0,2				
32	0,102	87	0,01	0,1	0,043	70	0,01	-1,8	0,157	82	0,01	0,2	0,215	102	0,01	-0,3	0,047		0,01	-1,0
33	0,107		0,01	0,3	0,08		0,01	0,1	0,13		0,01	-0,5	0,22		0,01	-0,2	0,05		0,01	-0,9
34	0,119	87	0,005	0,8	0,108	110	0,005	1,5	0,181	97	0,005	0,9	0,218	90	0,005	-0,2	0,077	92	0,005	0,8
35	0,093	90	0,01	-0,2	0,07	88	0,01	-0,4	0,142	90	0,01	-0,2	0,22	92	0,01	-0,2	Tespit Edileme		0,01	-3,4
36	0,109	78	0,01	0,4	0,088	85	0,01	0,5	0,152	76	0,01	0,1	0,273	88	0,01	0,7	0,091	78	0,01	1,7
37	0,102		0,01	0,1	0,059		0,01	-1,0	0,151		0,01	0,1	0,224		0,01	-0,1	Tespit Edileme		0,01	-3,4

UGRL YT Raporu–PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

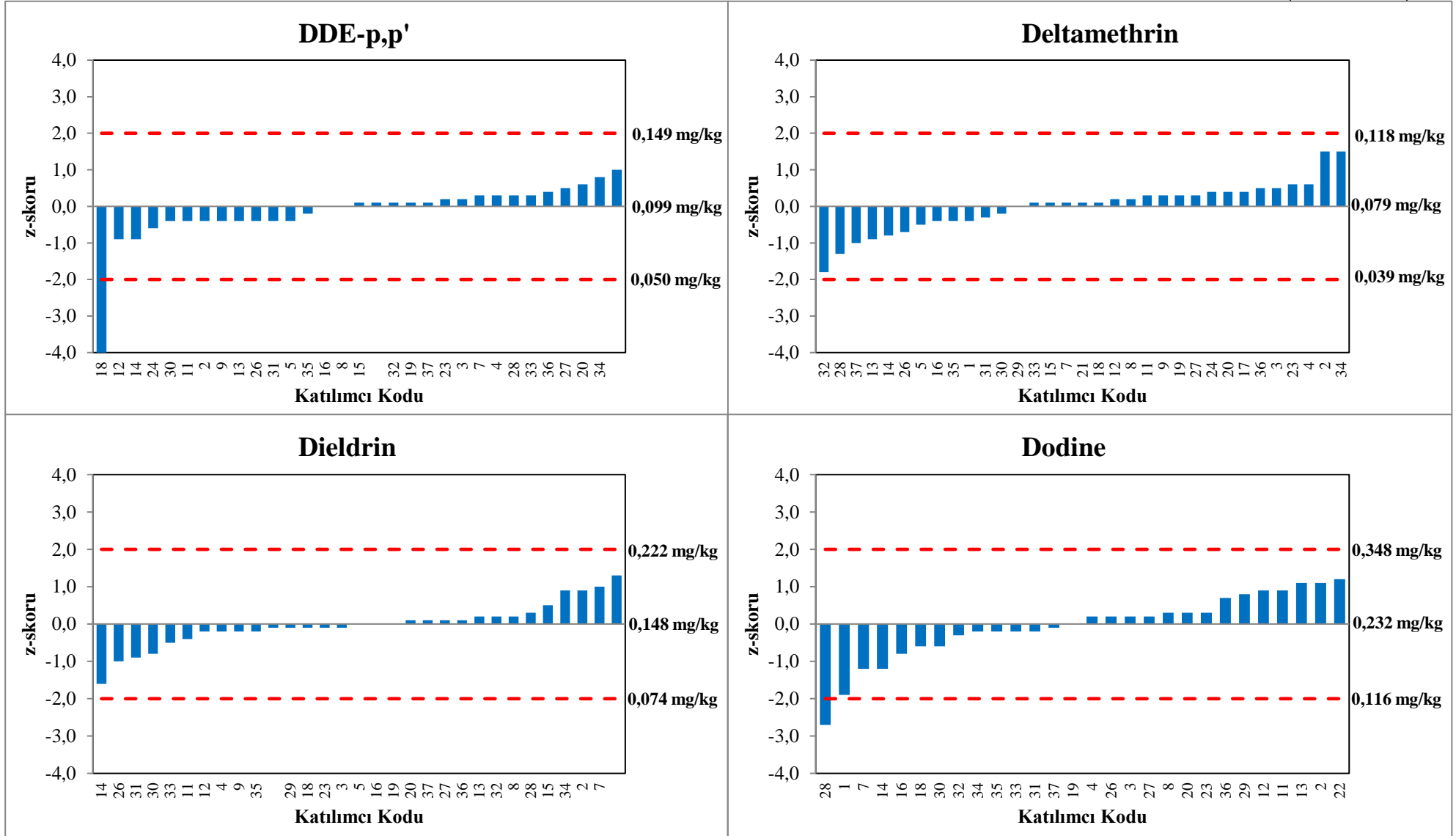
Tablo 7 (Devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	HCH_delta				Linuron				Oxamyl				Propiconazole				Sethoxydim			
	Atanmış Değer	0,197 mg/kg			Atanmış Değer	0,060 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg			Atanmış Değer	0,126 mg/kg			Atanmış Değer	0,162 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z'-skoru
1	0,244			1,0	0,068			0,5	0,069			0,3	0,152			0,8	0,218			1,4
2	0,221	98	0,005	0,5	0,073	84	0,005	0,8	0,064	97	0,005	0,0	0,105	99	0,005	-0,7	0,12	98	0,005	-1,0
3	0,171	90	0,01	-0,5	0,053	99	0,01	-0,5	0,065	75	0,01	0,1	0,125	85	0,01	0,0	0,171	99	0,01	0,2
4	0,175		0,01	-0,4	0,054		0,01	-0,4	0,065		0,01	0,1	0,127		0,01	0,0	0,171		0,01	0,2
5	0,177	85,98	0,01	-0,4	0,047	116,87	0,01	-0,9	0,036	76	0,01	-1,7	0,128	104,58	0,01	0,1	0,129	105,08	0,01	-0,8
6					0,055	102	0,01	-0,4					0,118	101,6	0,01	-0,3	0,115	95,2	0,01	-1,2
7	0,227	86	0,005	0,6	0,075	88	0,005	1,0	0,078	93	0,005	0,9	0,148	89	0,005	0,7	0,223	91	0,005	1,5
8	0,19	78	0,01	-0,1	0,055	82	0,01	-0,4	0,068	85	0,01	0,3	0,112	78	0,01	-0,4	0,136	82	0,01	-0,6
9	0,19	117	0,01	-0,1	0,062	80	0,01	0,1	0,058	91	0,01	-0,4	0,125	85	0,01	0,0				
10	Sonuç gönderilmedi																			
11	0,177	85	0,01	-0,4	0,057	101	0,01	-0,2	0,046	99	0,01	-1,1	0,116	99	0,01	-0,3	0,28	95	0,01	2,9
12	0,211	87	0,01	0,3	0,054	77	0,01	-0,4	0,056	98	0,01	-0,5	0,111	77	0,01	-0,5	0,144	75	0,01	-0,4
13	0,193	98,9	0,01	-0,1	0,071	97,2	0,01	0,7					0,128	99	0,01	0,1	0,126	96,6	0,01	-0,9
14	0,099	90	0,01	-2,0	0,038	98	0,01	-1,5	0,042	90	0,01	-1,4	0,09	86	0,01	-1,1	0,21	88	0,01	1,2
15	Analiz Edileme	-	-		0,064	94	0,01	0,2	0,069	92	0,01	0,3	0,109	93	0,01	-0,5	Analiz Edileme	-	-	
16	0,216	94	0,01	0,4	0,061	95	0,01	0,0	0,054	73	0,01	-0,6	0,14	93	0,01	0,4	0,275	80	0,01	2,8
17	Analiz Edilmed				0,059	81	0,01	-0,1	0,068	85	0,01	0,3	0,108	116	0,01	-0,6	0,109	86	0,01	-1,3
18	0,201	93,65	0,01	0,1	0,06	100	0,01	0,0	0,055	97,4	0,01	-0,6	0,126	99,2	0,01	0,0	0,225	94,1	0,01	1,6

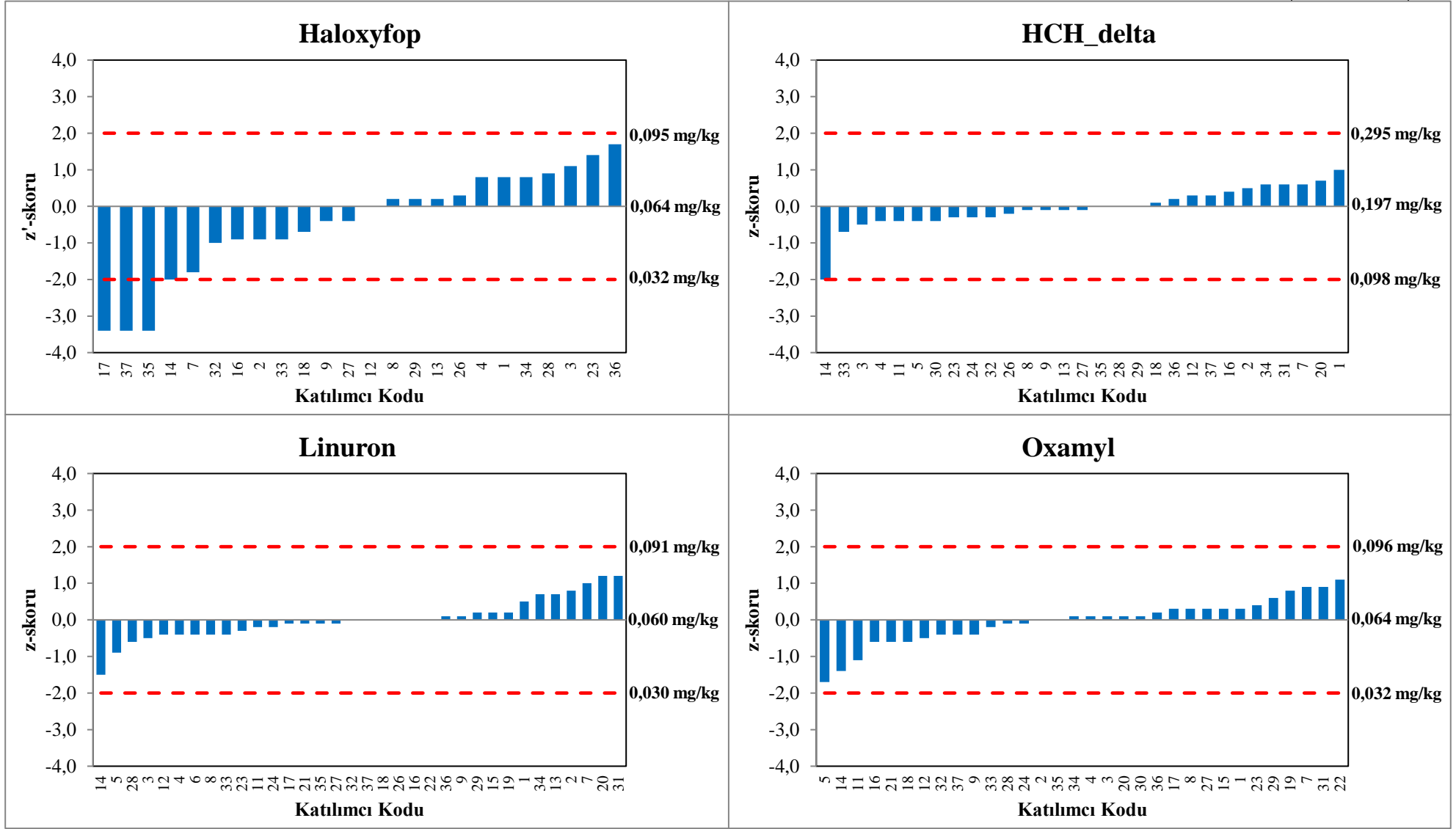
UGRL YT Raporu–PES014-Revizyon(1)

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES014-Rev.(1)
08-20

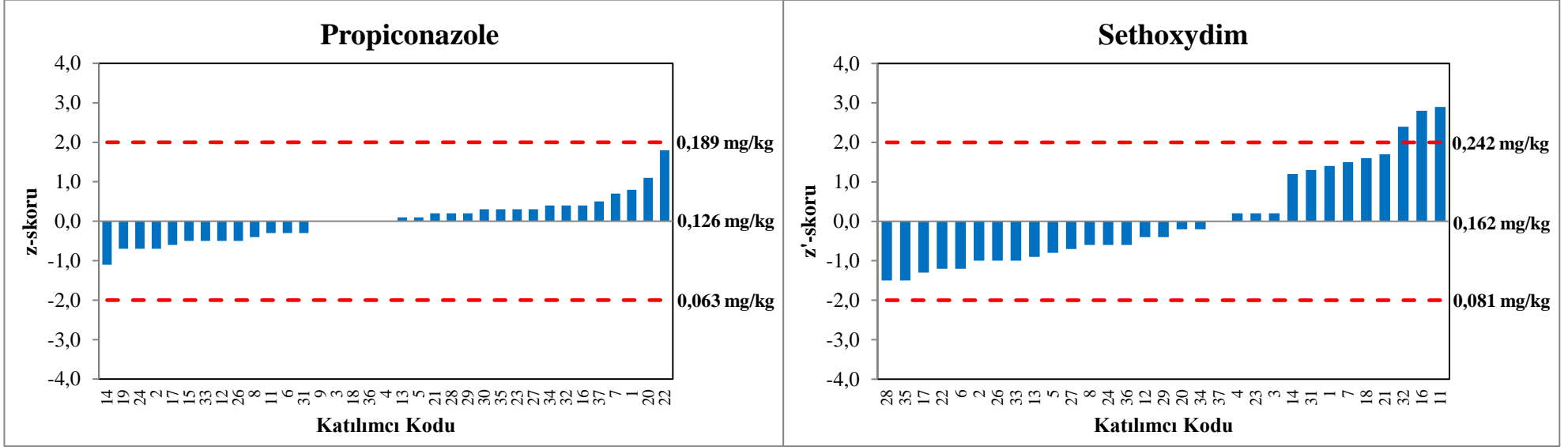
KOD	HCH_delta				Linuron				Oxamyl				Propiconazole				Sethoxydim			
	Atanmış Değer	0,197 mg/kg			Atanmış Değer	0,060 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg			Atanmış Değer	0,126 mg/kg			Atanmış Değer	0,162 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z'-skoru
19					0,064	98	0,01	0,2	0,077	95	0,01	0,8	0,103	93	0,01	-0,7				
20	0,231	86	0,01	0,7	0,078	98	0,01	1,2	0,066	93	0,01	0,1	0,161	92	0,01	1,1	0,154	92	0,01	-0,2
21	0,2	93	0,01	0,1	0,059	113	0,01	-0,1	0,054	90	0,01	-0,6	0,131	113	0,01	0,2	0,23	107	0,01	1,7
22					0,061	72	0,01	0,0	0,081	84	0,01	1,1	0,184	80	0,01	1,8	0,114	72	0,01	-1,2
23	0,18	92	0,01	-0,3	0,056	89	0,01	-0,3	0,07	90	0,01	0,4	0,135	90	0,01	0,3	0,171	93	0,01	0,2
24	0,182	81,3	0,01	-0,3	0,058	85,1	0,01	-0,2	0,062	81,7	0,01	-0,1	0,104	85,4	0,01	-0,7	0,136	86,4	0,01	-0,6
25	Sonuç gönderilmedi																			
26	0,188	70,37	0,01	-0,2	0,06	100,11	0,01	0,0					0,111	87,83	0,01	-0,5	0,12	87,65	0,01	-1,0
27	0,194	108	0,01	-0,1	0,059	81	0,01	-0,1	0,068	95	0,01	0,3	0,135	89	0,01	0,3	0,132	102	0,01	-0,7
28	0,198	97,49	0,01	0,0	0,051	91,39	0,01	-0,6	0,062	91,21	0,01	-0,1	0,134	93,12	0,01	0,2	0,1	106,1	0,01	-1,5
29	0,198	82	0,01	0,0	0,063	84	0,01	0,2	0,073	82	0,01	0,6	0,134	80	0,01	0,2	0,147	92	0,01	-0,4
30	0,178	90	0,01	-0,4					0,066	77	0,01	0,1	0,135	83	0,01	0,3				
31	0,224		0,01	0,6	0,079		0,01	1,2	0,079		0,01	0,9	0,118		0,01	-0,3	0,215		0,01	1,3
32	0,183	85	0,01	-0,3	0,06	98	0,01	0,0	0,057	117	0,01	-0,4	0,14	101	0,01	0,4	0,258	117	0,01	2,4
33	0,163		0,01	-0,7	0,055		0,01	-0,4	0,06		0,01	-0,2	0,11		0,01	-0,5	0,12		0,01	-1,0
34	0,224	90	0,005	0,6	0,071	109	0,005	0,7	0,065	96	0,005	0,1	0,139	97	0,005	0,4	0,154	98	0,005	-0,2
35	0,197	90	0,01	0,0	0,059	94	0,01	-0,1	0,064	87	0,01	0,0	0,135	95	0,01	0,3	0,103	91	0,01	-1,5
36	0,208	77	0,01	0,2	0,062	80	0,01	0,1	0,067	82	0,01	0,2	0,127	86	0,01	0,0	0,139	83	0,01	-0,6
37	0,212		0,01	0,3	0,06		0,01	0,0	0,058		0,01	-0,4	0,143		0,01	0,5	0,161		0,01	0,0



Şekil 1. z-Skorları Histogramı (4,4-DDE, Deltamethrin, Dieldrin, Dodine)



Şekil 2. z-Skorları Histogramı (Haloxyfop, HCH_delta, Linuron, Oxamyl)



Şekil 3. z-Skorları Histogramı (Propiconazole, Sethoxydim)

Tablo 8. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
30	Katılımcı Kodu: 30

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

“PES014-Analiz Sonuç Bildirim Formu” ile birlikte gönderilen analiz bilgileri katılımcıların beyanları doğrultusunda özetlenerek Tablo 9’de sunulmaktadır.

Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri

Kullanılan Metot/dun Kaynağı	Laboratuvar Kodu
AOAC 2007.01	02 09 12 13 14 15 16 17 18 19 21 22 23 24 27 29 31 34 35 37
AOAC 2007	36
AOAC 2007.01 (Modifiye)	28
AOAC 2007.1	01
AOAC_2007_1	26
Journal of AOAC International, Vol.90 No 2,2007	20
Lehotay et al. journal of AOAC Int.Vol.88 No:2	11
QUECHERS AOAC Int.Vol.88 630-638.2005	08
TS EN 15662	03 07
EN 15662	05
m- EN 15662	30
Bildirilmedi	04 06 10 25 32 33
Akredite metot	Laboratuvar Kodu
Evet	01 03 04 05 08 09 12 13 15 17 18 19 21 22 23 26 27 29 30 31 33 34 35 37
Hayır	07 14 16 20 28 36
Bildirilmedi	02 06 10 11 24 25 32
Belirtilen geri kazanım değeri test materyali ile aynı zamanda çalışılarak mı tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
Evet	02 03 04 05 08 09 11 12 13 15 20 21 23 24 26 27 28 29 30 32 34 35 36
Hayır	07 14 16 18 19
Bildirilmedi	01 06 10 17 22 25 31 33 37

GC	
Gerı kazanım değeri hangi konsantrasyonda (mg/kg) standart ilavesi ile tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
≥0,001-<0,005	21
≥0,005-<0,010	08 12 19
≥0,010-<0,025	04 07 09 13 18 26 28 34 35
≥0,025-<0,050	03 14
≥0,050-<0,100	02 05 15 16 17 22 23 27 29
≥0,100	11 20 30 32 36
Bildirilmedi	01 06 10 24 25 31 33 37
Gerı kazanım değeri tespit edilirken standart ilavesi hangi aşamada gerçekleştirildi?	Laboratuvar Kodu
Ekstraksiyondan önce	02 03 04 05 07 08 09 11 12 14 15 16 18 19 20 21 23 26 27 28 29 30 34 35 36
Cihaza verilmeden önce	13 32
Bildirilmedi	01 06 10 17 22 24 25 31 33 37
Türevlendirme yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	02 03 04 05 07 08 09 11 12 13 14 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36
Evet	15
Bildirilmedi	01 06 10 17 22 25 37
İnternal standart kullanıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	05 09 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 26 27 28 29 30 33 34 35
Evet	03 04 07 08 22 23 31 32 36
Bildirilmedi	01 02 06 10 17 24 25 37
Kullanılan internal standart nedir?	Laboratuvar Kodu
TPP	03 07 23 24 31 32 36
DEE	04 08
Ethoprophos	22
Kalibrasyon yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
Matriks uyumlu	04 08 12 13 14 16 18 22 26 28 29 31 33 37
Matriks uyumlu, Çok noktalı	01 02 05 07 09 20 23 24 27 34 35
Matriks uyumlu, Solventte	11
Standart Ekleme	03
Standart Ekleme, Matriks uyumlu, Çok noktalı	21 30 32
Standart Ekleme, Matriks uyumlu, Solventte	19
Çok noktalı, Çok noktalı, Çok noktalı	36
Bildirilmedi	06 10 15 17 25

Tartılan numune ağırlığı (g) nedir?	Laboratuvar Kodu
≥10-<20	03 07 08 09 14 21 28
≥5-<10	01 02 05 11 12 13 16 18 19 20 23 24 29 30 31 32 33 34 35 36 37
Bildirilmedi	04 06 10 15 17 22 25 27
Kullanılan ekstraksiyon solventleri nelerdir?	Laboratuvar Kodu
% 1 Asetik Asitli Asetonitril	02 08 09 12 13 14 15 19 20 23 24 26 29 30 31 34 35
% 1 Asetik Asitli Asetonitril, Asetonitril, Su	32
% 1 Asetik Asitli Asetonitril, Su Asetonitril	04 05 16 21 27 28 33 06 10 17 22 25 18 37
Asetonitril, % 1 Asetik Asitli Asetonitril	01
Asetonitril, Su	03
Bildirilmedi	07 11 36
% 1 Asetik Asitli Asetonitril	02 08 09 12 13 14 15 19 20 23 24 26 29
Elstraksiyonda pH ayarlaması yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	01 02 03 04 05 08 09 11 13 14 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 32 33 34 35 37
Evet	07 12 15 31
Bildirilmedi	06 10 17 22 25 36
Kullanılan ekstraksiyon yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 02 03 04 05 07 08 09 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37
Bildirilmedi	06 10 17 22 25
Kullanılan saflaştırma (temizleme) yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
SPE (dispersive)	01 02 03 05 07 08 09 11 13 14 15 19 20 21 23 24 27 30 34 36
C18	12
DSP	18
Magnezyum sülfat-PSA	29
SPE (kolon/kartuş)	37
Yok	16 32 35
Diğer	04 28
Bildirilmedi	06 10 17 22 25 26 31 33

SPE kullanıldı ise sorbent tipi nedir?	Laboratuvar Kodu
PSA	01 02 03 04 07 08 11 13 14 15 20 23 24 27 30 37
---	18 35 36
C18	09 21
Mixed Mode	19 34
PSA, C18	05
Bildirilmedi	06 10 12 16 17 22 25 26 28 29 31 32 33
Kolon dolgu materyali nedir?	Laboratuvar Kodu
% 95 methyl % 5 phenyl polysiloxane	01 03 04 05 07 08 09 13 14 15 16 18 20 21 23 24 27 29 30 32 34 35 36
% 100 Polydimethylsiloxane	11
% 50 methyl % 50 phenyl polysiloxane	19
% 65 methyl % 35 phenyl polysiloxane	12
Diğer	02 28
Bildirilmedi	06 10 17 22 25 26 31 33 37
Kolon sıcaklığı nedir?	Laboratuvar Kodu
65	04
70	15
70	18
70	21
80	05
90	31
100	14
200	29
230	23
250	02
270	28
300	01
350	19
120-300 Gradient program	35
40 -300	32
40-300	09
60-290	34
70 - 280	03
70-320	20
70-325 Derece	07
-	30
Gradient	16 27
Bildirilmedi	06 08 10 11 12 13 17 22 24 25 26 33 36

Enjeksiyon hacmi (µL) nedir?	Laboratuvar Kodu
1	05 27 30 37
2	01 02 03 09 11 13 14 15 16 18 19 23 24 28 29 31 32 33 35 36
3	04 07
5	08 20 34
10	21
Bildirilmedi	06 10 12 17 22 25 26
Mobil faz bileşenleri nedir?	Laboratuvar Kodu
He	05 35 03 07 13 18 20 24 34 36
Helyum-Argon	29
-	16 30
Bildirilmedi	01 02 04 06 08 09 10 11 12 14 15 17 19 21 22 23 25 26 27 28 31 32 33 37
LC	
Geri kazanım değeri hangi konsantrasyonda (mg/kg) standart ilavesi ile tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
≥0,001-<0,005	21
≥0,005-<0,010	08 12
≥0,010-<0,025	04 07 09 13 18 19 26 28 35
≥0,025-<0,050	03 14
≥0,050-<0,100	02 05 15 16 17 22 23 27 29 34
≥0,100	11 20 30 32 36
Bildirilmedi	01 06 10 24 25 31 33 37
Geri kazanım değeri tespit edilirken standart ilavesi hangi aşamada gerçekleştirildi?	Laboratuvar Kodu
Ekstraksiyondan önce	02 03 04 05 07 08 09 11 12 14 15 16 18 19 20 21 23 26 27 28 29 30 34 35 36
Cihaza verilmeden önce	13 32
Bildirilmedi	01 06 10 17 22 24 25 31 33 37
Türevlendirme yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	02 03 04 05 07 08 09 11 12 13 14 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36
Evet	15
Bildirilmedi	01 06 10 17 22 25 37
İnternal standart kullanıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	05 09 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 23 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35
Evet	03 04 07 08 22 36
Bildirilmedi	01 02 06 10 17 24 25 37

Kullanılan internal standart nedir?	Laboratuvar Kodu
TPP	03 07 24
DEE	04 08 36
Ethoprophos	22
Kalibrasyon yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
Matriks uyumlu	04 08 12 13 14 16 18 22 28 29 31 33 37
Matriks uyumlu, Çok noktalı	01 02 05 07 09 20 23 24 27 34 35
Matriks uyumlu, Solventte	11
Standart Ekleme	03
Standart Ekleme, Matriks uyumlu, Çok noktalı	21 30 32
Standart Ekleme, Matriks uyumlu, Solventte	19
Solventte	26
Çok noktalı, Çok noktalı, Çok noktalı	36
Bildirilmedi	06 10 15 17 25
Tartılan numune ağırlığı (g) nedir?	Laboratuvar Kodu
≥10-<20	03 07 08 09 14 21 28
≥5-<10	01 02 05 11 12 13 16 18 19 20 23 24 26 29 31 33 34 35 36 37
≥1-<5	30 32
Bildirilmedi	04 06 10 15 17 22 25 27
Kullanılan ekstraksiyon solventleri nelerdir?	Laboratuvar Kodu
% 1 Asetik Asitli Asetonitril	02 08 09 12 13 14 15 19 20 23 24 26 29 30 31 34 35
% 1 Asetik Asitli Asetonitril, Asetonitril, Su	32
% 1 Asetik Asitli Asetonitril, Su	04 05 16 21 27 28 33 06 10 17 22 25
Asetonitril	18 37
Asetonitril, % 1 Asetik Asitli Asetonitril	01
Asetonitril, Su	03
Bildirilmedi	07 11 36
Elstraksiyonda pH ayarlaması yapıldı mı?	Laboratuvar Kodu
Hayır	01 02 03 04 05 08 09 11 13 14 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 32 33 34 35 37
Evet	07 12 15 31
Bildirilmedi	06 10 17 22 25 36
Kullanılan ekstraksiyon yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 02 03 04 05 07 08 09 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37
Bildirilmedi	06 10 17 22 25

Kullanılan saflaştırma (temizleme) yöntemi nedir?	Laboratuvar Kodu
SPE (dispersive)	01 02 03 05 07 08 09 11 13 14 15 19 20 21 23 24 27 30 34 36
C18	12
DSP	18
Magnezyum sülfat-PSA	29
SPE (kolon/kartuş)	37
Yok	16 32 35
Diğer	04 28
Bildirilmedi	06 10 17 22 25 26 31 33
SPE sorbent tipi nedir?	Laboratuvar Kodu
PSA	01 02 03 04 07 08 11 13 14 15 20 23 24 27 30 37
---	18 35 36
C18	09 21
Mixed Mode	19 34
PSA, C18	05
Bildirilmedi	06 10 12 16 17 22 25 26 28 29 31 32 33
Kolon dolgu materyali nedir?	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 03 04 05 06 07 08 09 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 27 28 29 30 32 33 34 35 36
Bildirilmedi	10 25 26 31 37
Kolon sıcaklığı (°C) nedir?	Laboratuvar Kodu
30	05 13 18 19 29 16 27
35	01 14 24 35 36
40	02 03 04 06 08 09 11 15 17 20 21 28 32 37 30 07
45	23 34
50	31 33
Bildirilmedi	12 22 26 10 25
Enjeksiyon hacmi (µL) nedir?	Laboratuvar Kodu
0,5	07
1	37
2	01 03 11 14 29
5	15 23 31
8	04
10	05 09 13 16 19 20 21 24 27 28 30 32 35 36
20	02 08 18

50 33 34
Bildirilmedi 06 10 12 17 22 25 26

Mobil faz bileşenleri nedir?	Laboratuvar Kodu
Metanol+Su+ Amonyum Format+ Formik Asit	03 05 16 19 18 07 29 21 27 33 34
Methanol, Su	11 32 17 22 15
Metanol, Su, Amonyum Formate	06 23
5 mM Amonyum Formate	24 36
2 MM Amonyum format, %95 Water,%5 MeOH	31
5 mM Amonyum format H2O ,5 mM Amonyum format Meoh	02
5mM amonyum format %0.05 formik asit suda / Metanol	09
A:Su+5Mm amonyum format	30
B: Metanol+5Mm amonyum format	
Amonyum format, ACN,UPS, Formik asit	01
Asetonitril, su, amonyum asetat, formik asit	28
Mobil Faz A: %0,1 Formik Asit- %0,05 Amonyum Format içeren Su	35
Mobil Faz B: Metanol	
Mobil Faz A: Su+Amonyum format Mobil Faz B: Methanol+ Amonyum format	14
Saf su, formik asit, metanol	20
Bildirilmedi	04 08 12 13 26 37 10 25

7. GÖZLEMLER

PES014 Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması Yeterlilik Testine katılan 37 katılımcının, 35 tanesi sonuç bildirmiştir. Bildirilen sonuçlardan hesaplanan başarılı z-skoru ($|z| \leq 2$) oranlarının ortalaması % 97'dir.

PES014 Öğütülmüş Pirinçte Pestisit Aranması Yeterlilik Testine katılan 37 katılımcının 4 tanesi test materyali içinde olan 2 analiti tespit edemeyip “Tespit edilemedi” şeklinde yanlış negatif sonuç vermiştir.

Tablo 10. Yanlış negatif sonuç veren katılımcılar

Analit	Lab Kodu
4,4-DDE	18
Haloxyfop	17
	35
	37

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İin Genel Őartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 GKGM'nin kamu laboratuvarları iin 21/08/2015 tarih 28226 sayılı; zel laboratuvarlar iin 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 TRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılařtırma Programları Prosedr, Rev. No:10 -16 Aralık 2019