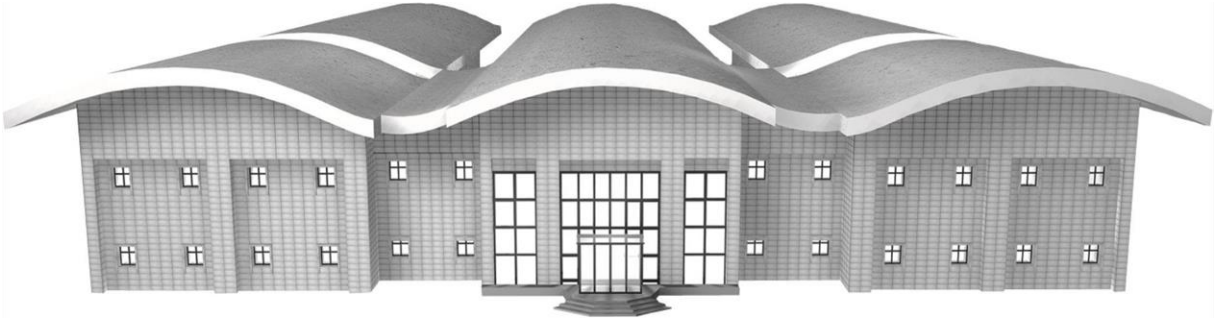




**T.C.**  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Armut Püresinde Pestisit Aranması**  
**UGRL YT Raporu- PES015**  
**Eylül-Kasım 2021**

**GENEL BİLGİLER**


**YT Çevrim Kodu ve Adı:** PES015-Armut Püresinde Pestisit Aranması


**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 21/09/2021

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 21/10/2021

**Rapor Yayın Tarihi:** 19/11/2021

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr. Hesna Merve MANAV  
Pestisit Bölümü

  
Fazıl DİLER  
Pestisit Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. Hesna Merve MANAV  
Pestisit Bölümü

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. Kazım SEZER  
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu V.  
Tel.: 0312 327 41 81 / 1135 (dahili)  
e-posta: kazim.sezer@tarimorman.gov.tr

**Raporu Onaylayan:**

  
Leyla YALÇINKAYA  
MÜDÜR V.

**YT Düzenleyici:**

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

**Tel.:** 0312 327 41 81

**Faks:** 0312 327 41 56

**e-posta:** ugrl@tarimorman.gov.tr

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

**İÇİNDEKİLER**

<b>ÖZET</b> .....	<b>5</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>7</b>
<b>2. GİZLİLİK</b> .....	<b>7</b>
<b>3. TEST MATERYALİ</b> .....	<b>8</b>
<b>3.1. HAZIRLAMA</b> .....	<b>8</b>
<b>3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK</b> .....	<b>8</b>
<b>3.3. DAĞITIM</b> .....	<b>14</b>
<b>4. SONUÇLAR</b> .....	<b>14</b>
<b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ</b> .....	<b>15</b>
<b>5.1. ATANMIŞ DEĞER</b> .....	<b>15</b>
<b>5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI</b> .....	<b>15</b>
<b>5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME</b> .....	<b>15</b>
<b>5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI</b> .....	<b>16</b>
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>30</b>
<b>7. GÖZLEMLER</b> .....	<b>31</b>
<b>8. REFERANSLAR</b> .....	<b>31</b>

## 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.....	17
Tablo 5. Analitler için atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları .....	17
Tablo 6. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	18
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....	19
Tablo 8. Katılımcı yorumları .....	29
Tablo 9. Katılımcı Metot Bilgileri .....	30
Tablo 10. Yanlış negatif sonuç veren katılımcılar .....	31
Tablo 11. Yanlış pozitif sonuç veren katılımcılar.....	31

## ŞEKİLLER

Şekil 1. z-Skorları Histogramı (Bifenthrin, Cyprodinil).....	25
Şekil 2. z-Skorları Histogramı (Diniconazole, Ethion).....	26
Şekil 3. z-Skorları Histogramı (Fenamiphos, HCH-alpha).....	27
Şekil 4. z-Skorları Histogramı (HCH-gamma (Lindane), Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)) .....	28
Şekil 5. z-Skorları Histogramı (Terbutylazine) .....	29

**ÖZET**

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

- Çevrim için başvuruda bulunan 59 katılımcıya, 21/09/2021 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte blank ve test materyali (armut püresi) 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: Bifenthrin, Cyprodinil, Diniconazole, Ethion, Fenamiphos, HCH-alpha, HCH-gamma (Lindane), Heptachlor-exo-epoxide (izomer B), Terbutylazine.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES015 kodlu çevrime özgü “**PES015-Analiz Sonuç Bildirim Formu**” ile toplanmıştır. 59 katılımcının, 58 tanesi analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, test materyalinde yer alan her bir pestisit için atanmış değer (xpt), 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 (xpt) ve yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer  $|z| \leq 2$  ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- PES015 kodlu Armut Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.
- Armut Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**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$
Bifenthrin	0,426	57	57	100
Cyprodinil	0,320	55	57	96
Diniconazole	0,087	54	57	95
Ethion	0,300	57	57	100
Fenamiphos	0,045	52	56	93
HCH-alpha	0,084	52	55	95
HCH-gamma (Lindane)	0,081	55	56	98
Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)	0,068	54	56	96
Terbutylazine	0,134	53	55	96

## 1. GİRİŞ

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

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

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

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

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

## 2. GİZLİLİK

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

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

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında 28 kg armut kullanılmıştır. Yaklaşık 14 kg armut, blank olarak kullanılmak üzere ayrılmıştır. Blank armut 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 14 kg armut püresine; 9 farklı pestisit ilave edilmiş (Bifenthrin, Cyprodinil, Diniconazole, Ethion, Fenamiphos, HCH-alpha, HCH-gamma (Lindane), Heptachlor-exo-epoxide (izomer B), Terbutylazine) ve homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan blank ve test materyali, plastik ambalajlara tartılarak 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 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.  $\sigma_{pt}$  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 değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik testi verilerinin istatiksel değerlendirmesi 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 YT gönderim günü yapılan 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 günü, yeterlilik test materyali kargo iletim günü ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihinde olmak üzere toplam üç 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 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3’te verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik testi verilerinin istatistiksel deęerlendirmesi

	Bifenthrin (mg/kg)	Cyprodinil (mg/kg)	Diniconazole (mg/kg)	Ethion (mg/kg)	Fenamiphos (mg/kg)
<b>Ortalama</b>	0,50	0,40	0,12	0,29	0,11
<b><math>\sigma_{pt}</math></b>	0,13	0,10	0,03	0,07	0,03
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik deęer)</b>	0,04	0,03	0,01	0,02	0,01
<b><math>s_x</math> (ör. ort. std. sapması)</b>	0,02	0,03	0,01	0,01	0,01
<b><math>s_w</math> (ör.-içi std. sapma)</b>	0,01	0,03	0,01	0,01	0,01
<b><math>s_s</math> (ör.-arası std.sapma)</b>	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01
<b><math>s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}</math></b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>
	HCH-alpha (mg/kg)	HCH-gamma (Lindane) (mg/kg)	Heptachlor-exo-epoxide (izomer B) (mg/kg)	Terbutylazine (mg/kg)	
<b>Ortalama</b>	0,13	0,13	0,08	0,17	
<b><math>\sigma_{pt}</math></b>	0,03	0,03	0,02	0,04	
<b>0,3 x <math>\sigma_{pt}</math> (kritik deęer)</b>	0,01	0,01	0,01	0,01	
<b><math>s_x</math> (ör. ort. std. sapması)</b>	0,01	0,01	0,00	0,01	
<b><math>s_w</math> (ör.-içi std. sapma)</b>	0,01	0,01	0,00	0,01	
<b><math>s_s</math> (ör.-arası std.sapma)</b>	0,01	0,01	0,00	0,01	
<b><math>s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}</math></b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	

**Tablo 3.** Kararlılık testi verilerinin istatistiksel deęerlendirmesi

PARAMETRE	Bifenthrin			Cyprodinil			Diniconazole		
	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3
Sıcaklık (~ °C)	-18	20	-18	-18	20	-18	-18	20	-18
Süre (gün)	0	3	30	0	3	30	0	3	30
N	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Ortalama	0,51166667	0,54666667	0,51333333	0,35666667	0,38666667	0,38	0,11166667	0,12	0,10333333
Std.Sapma	0,02562551	0,0121106	0,00816497	0,01861899	0,0136626	0,0219089	0,01169045	0,01264911	0,00516398
y1 - yX	-	0,035	0,00166667	-	0,03	0,02333333	-	0,00833333	0,00833333
y1 - yX  ≤ 0,3opt ?	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

YTM	<b>KARARLI</b>	<b>KARARLI</b>	<b>KARARLI</b>
-----	----------------	----------------	----------------

Tablo 3 (Devamı). Kararlılık testi verilerinin istatistiksel deęerlendirmesi

PARAMETRE	Ethion			Fenamiphos			HCH-alpha		
	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3
Sıcaklık (~ °C)	-18	20	-18	-18	20	-18	-18	20	-18
Süre (gün)	0	3	30	0	3	30	0	3	30
n	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Ortalama	0,28333333	0,27	0,28833333	0,10333333	0,1	0,10333333	0,125	0,13333333	0,13333333
Std.Sapma	0,01032796	0	0,00983192	0,01861899	0,01095445	0,00816497	0,00547723	0,00516398	0,00516398
y1 - yX	-	0,01333333	0,005	-	0,00333333	0	-	0,00833333	0,00833333
y1 - yX  ≤ 0,3opt ?	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	-	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>
<b>YTM</b>	<b>KARARLI</b>			<b>KARARLI</b>			<b>KARARLI</b>		

Tablo 3 (Devamı). Kararlılık testi verilerinin istatistiksel değerlendirmesi

PARAMETRE	HCH-gamma (Lindane)			Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)			Terbutylazine		
	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3	t1 (kontrol)	t2	t3
Sıcaklık (~ °C)	-18	20	-18	-18	20	-18	-18	20	-18
Süre (gün)	0	3	30	0	3	30	0	3	30
n	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Ortalama	0,12833333	0,13666667	0,135	0,07666667	0,08166667	0,08	0,15833333	0,16833333	0,16666667
Std.Sapma	0,01169045	0,00816497	0,01048809	0,00516398	0,00408248	0	0,00752773	0,00752773	0,0136626
y1 - yX	-	0,00833333	0,00666667	-	0,005	0,00333333	-	0,01	0,00833333
y1 - yX  ≤ 0,3σpt ?	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER	-	GEÇER	GEÇER

YTM	KARARLI		KARARLI		KARARLI
-----	---------	--	---------	--	---------

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali ve blank materyal (armut püresi), 21/09/2021 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 “**PES015-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](mailto:ugrl@tarimorman.gov.tr)) her ikisine birden göndermeleri istenmiştir.

Ayrıca katılımcılardan aşağıda belirtilen uyarılara dikkat etmeleri istenmiştir.

- Test materyali, verilen hedef listedeki herhangi bir/birden fazla pestisiti içerebilir. Tek analiz için düzenlenen çevrimlerde aranılan analiz yeterlilik materyalinde mutlaka yer almaktadır.
- Sonuçlar "mg/kg" cinsinden, virgülden sonra üç haneli olacak şekilde ve geri kazanım düzeltilmesi 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.
- Kullandığınız cihaz ve teknik listede yoksa "Diğer"i seçerek, "Tablo 2. Eklemek İstedikleriniz" kısmına yazınız.
- Eklemek istediğiniz yorum, görüş vb. bilgileri "Tablo 2. Eklemek İstedikleriniz" kısmına yazınız.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 59 laboratuvarın 58 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.<sup>4</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:

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

$x_{pt}$ : 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<sup>5</sup>.

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

$$|z| > 2 \quad \text{Uygun Değil}$$

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

#### 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 “**PES015-Analiz Sonuç Bildirim Formu**” aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar ve bu sonuçlar üzerinden hesaplanan z-skorları Tablo 7’de özetlenmekte ve Şekil 1-5 arasında histogram ile gösterilmektedir. Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 8’de verilmektedir.



**Tablo 4.** Analitler için özet istatistik değerlendirmesi

	Bifenthrin	Cyprodinil	Diniconazole	Ethion	Fenamiphos	HCH-alpha	HCH-gamma (Lindane)	Heptachlor- exo-epoxide (izomer B)	Terbutylazine
<b>z-skoru hesaplanan katılımcı sayısı</b>	57	57	57	57	56	55	56	56	55
<b>Sonuç aralığı (mg/kg)</b>	0,237-0,562	0,229-0,606	0,044-0,143	0,203-0,390	0,027-0,074	0,039-0,153	0,040-0,125	0,024-0,094	0,076-0,241
<b>Sonuçların ortancası (mg/kg)</b>	0,432	0,312	0,087	0,301	0,045	0,086	0,080	0,066	0,131
<b>Sonuçların ortalaması (mg/kg)</b>	0,425	0,329	0,088	0,300	0,045	0,085	0,082	0,068	0,135
<b>Atanmış değer(mg/kg)</b>	<b>0,426</b>	<b>0,320</b>	<b>0,087</b>	<b>0,300</b>	<b>0,045</b>	<b>0,084</b>	<b>0,081</b>	<b>0,068</b>	<b>0,134</b>
<b>Sağlam standart sapma (mg/kg)</b>	0,059	0,057	0,013	0,049	0,010	0,018	0,019	0,013	0,022
<b>  z   ≤ 2 sonuç sayısı</b>	57	55	54	57	51	52	55	54	53
<b>  z   &gt; 2 sonuç sayısı</b>	0	2	2	0	4	3	1	2	2

**Tablo 5.** Analitler için atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları

<b>Analit</b>	<b>Veri sayısı (n)</b>	<b>Atanmış değer (x<sub>pt</sub>) (mg/kg)</b>	<b>Belirsizlik (u(x<sub>pt</sub>))</b>	<b>Yeterlilik standart sapması (σ<sub>pt</sub>) (mg/kg)</b>
Bifenthrin	57	0,426	0,010	0,106
Cyprodinil	57	0,320	0,009	0,080
Diniconazole	56	0,087	0,002	0,022
Ethion	57	0,300	0,008	0,075
Fenamiphos	55	0,045	0,002	0,011
HCH-alpha	55	0,084	0,003	0,021
HCH-gamma (Lindane)	56	0,081	0,003	0,020
Heptachlor- exo-epoxide (izomer B)	56	0,068	0,002	0,017
Terbutylazine	55	0,134	0,004	0,033

**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$
Bifenthrin	57	57	100
Cyprodinil	57	55	96
Diniconazole	57	54	95
Ethion	57	57	100
Fenamiphos	56	51	91
HCH-alpha	55	52	95
HCH-gamma (Lindane)	56	55	98
Heptachlor-exo- epoxide (izomer B)	56	54	96
Terbutylazine	55	53	96

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

KOD	Bifenthrin				Cyprodinil				Diniconazole				Ethion				Fenamiphos			
	Atanmış Değer	0,426 mg/kg			Atanmış Değer	0,320 mg/kg			Atanmış Değer	0,087 mg/kg			Atanmış Değer	0,300 mg/kg			Atanmış Değer	0,045 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	0,314	99	0,01	-1,1	0,274	86	0,01	-0,6	0,081	85	0,01	-0,3	0,251	92	0,01	-0,7	0,028	95	0,01	-1,5
2	0,452	70-120	0,01	0,2	0,337	70-120	0,01	0,2	0,091	70-120	0,01	0,2	0,301	70-120	0,01	0,0	0,04	70-120	0,01	-0,4
3	0,471	91	0,01	0,4	0,341	85	0,01	0,3	0,091	88	0,01	0,2	0,341	90	0,01	0,5	0,054	90	0,01	0,8
4	0,562	114	0,010	1,3	0,46	90	0,01	1,8	0,088	80	0,01	0,1	0,37	107	0,01	0,9	0,07	106	0,01	2,3
5	0,336	98	0,005	-0,8	0,289	92	0,005	-0,4	0,073	99	0,005	-0,6	0,262	80	0,005	-0,5	0,036	98	0,005	-0,8
6	0,237	79	0,01	-1,8	0,302	96	0,01	-0,2	0,103	90	0,01	0,7	0,248	92	0,01	-0,7	0,044	96	0,01	-0,1
7																				
8	0,512		0,01	0,8	0,382		0,01	0,8	0,081		0,01	-0,3	0,387		0,01	1,2	0,054		0,01	0,8
9	0,405		0,01	-0,2	0,295		0,01	-0,3	0,093		0,01	0,3	0,284		0,01	-0,2	0,044		0,01	-0,1
10	0,422		0,01	0,0	0,241		0,01	-1,0	0,064		0,01	-1,1	0,227		0,01	-1,0	0,03		0,01	-1,3
11	0,406		0,01	-0,2	0,245		0,01	-0,9	0,089		0,01	0,1	0,322		0,01	0,3	0,049		0,01	0,4
12	Sonuç Göndermedi																			
13	0,48	96,55	0,01	0,5	0,291	94,386	0,01	-0,4	0,1	90,762	0,01	0,6	0,389	98,77	0,01	1,2	0,069	107,03	0,01	2,2
14	0,463	93	0,01	0,3	0,598	94	0,01	3,5	0,138	92	0,01	2,4	0,275	94	0,01	-0,3	Tespit Edilemedi	102	0,01	-3,1
15	0,465	50	0,001	0,4	0,266	50	0,001	-0,7	0,086	50	0,001	0,0	0,28	50	0,001	-0,3	0,05	50	0,001	0,5
16	0,348	91	0,01	-0,7	0,271	93	0,01	-0,6	0,071	97	0,01	-0,7	0,288	97	0,01	-0,2	0,053	107	0,01	0,7
17	0,394	103	0,01	-0,3	0,32	82	0,01	0,0	0,102	106	0,01	0,7	0,311	77	0,01	0,1	0,048	82	0,01	0,3
18	0,422		0,005	0,0	0,369		0,005	0,6	0,119		0,005	1,5	0,347		0,005	0,6	0,058		0,005	1,2
19	0,53	96	0,01	1,0	0,294	92	0,01	-0,3	0,086	90	0,01	0,0	0,292	99	0,01	-0,1	0,03	100	0,01	-1,3

UGRL YT Raporu-PES015

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES015
11-21

KOD	Bifenthrin				Cyprodinil				Diniconazole				Ethion				Fenamiphos			
	Atanmış Değer	0,426 mg/kg			Atanmış Değer	0,320 mg/kg			Atanmış Değer	0,087 mg/kg			Atanmış Değer	0,300 mg/kg			Atanmış Değer	0,045 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
20	0,471	86	0,01	0,4	0,399	98	0,01	1,0	Tespit Edilemedi	85	0,01	-3,5	0,347	98	0,01	0,6	0,043	87	0,01	-0,1
21	0,436	95	0,01	0,1	0,288	92	0,01	-0,4	0,085	105	0,01	-0,1	0,272	99	0,01	-0,4	0,045	93	0,005	0,0
22	0,43	82	0,01	0,0	0,353	82	0,01	0,4	0,082	84	0,01	-0,2	0,31	75	0,01	0,1	0,04	76	0,01	-0,4
23	0,4	107	0,01	-0,2	0,31	104	0,01	-0,1	0,079	105	0,01	-0,4	0,282	104	0,01	-0,2	0,032	104	0,01	-1,1
24	0,471	104	0,01	0,4	0,449	100	0,01	1,6	0,097	98	0,01	0,5	0,345	102	0,01	0,6	0,05	126	0,01	0,5
25	0,46	98	0,01	0,3	0,365	95	0,01	0,6	0,083	89	0,01	-0,2	0,322	106	0,01	0,3	0,054	100	0,01	0,8
26	0,38	90	0,01	-0,4	0,261	90	0,01	-0,7	0,092	88	0,01	0,2	0,248	90	0,01	-0,7	0,04	99	0,01	-0,4
27	0,39		0,01	-0,3	0,31		0,01	-0,1	0,085		0,01	-0,1	0,335		0,01	0,5	0,05		0,01	0,5
28	0,432	99,36	0,01	0,1	0,338	99	0,01	0,2	0,12	100	0,01	1,5	0,22	100	0,01	-1,1	0,049	100	0,01	0,4
29	0,364	102	0,01	-0,6	0,318	98	0,01	0,0	0,089	96	0,01	0,1	0,302	96	0,01	0,0	0,058	98	0,01	1,2
30	0,432	80	0,01	0,1	0,355	90	0,01	0,4	0,08	86	0,01	-0,3	0,308	86	0,01	0,1	0,041	85	0,01	-0,3
31	0,345	98	0,01	-0,8	0,251	120	0,01	-0,9	0,086	104	0,01	0,0	0,221	108	0,01	-1,1	0,029	94	0,01	-1,4
32	0,464	99	0,005	0,4	0,341	97	0,005	0,3	0,092	92	0,005	0,2	0,364	93	0,005	0,9	0,053	99	0,005	0,7
33	0,511	97	0,01	0,8	0,37	96	0,01	0,6	0,106	108	0,01	0,9	0,344	104	0,01	0,6	0,058	107	0,01	1,2
34	0,31	88	0,01	-1,1	0,291	101	0,01	-0,4	0,063	98	0,01	-1,1	0,327	87	0,01	0,4	0,027	90	0,01	-1,6
35	0,42		0,005	-0,1	0,355		0,005	0,4	0,088		0,005	0,1	0,346		0,005	0,6	0,053		0,005	0,7
36	0,381	97	0,01	-0,4	0,312	97	0,01	-0,1	0,082	96	0,01	-0,2	0,272	96	0,01	-0,4	0,042	97	0,01	-0,2
37	0,438	86	0,01	0,1	0,359	90	0,01	0,5	0,105	100	0,01	0,8	0,335	107	0,01	0,5	0,049	96	0,01	0,4
38	0,376	100	0,01	-0,5	0,332	102	0,01	0,2	0,088	112	0,01	0,1	0,301	120	0,01	0,0	0,052	70	0,01	0,7
39	0,495	95	0,01	0,7	0,252	96	0,01	-0,8	0,092	97	0,01	0,2	0,203	96	0,01	-1,3	0,051	95	0,01	0,6

UGRL YT Raporu-PES015

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES015
11-21

KOD	Bifenthrin				Cyprodinil				Diniconazole				Ethion				Fenamiphos			
	Atanmış Değer	0,426 mg/kg			Atanmış Değer	0,320 mg/kg			Atanmış Değer	0,087 mg/kg			Atanmış Değer	0,300 mg/kg			Atanmış Değer	0,045 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
40	0,47	98,8	0,01	0,4	0,606	100,05	0,01	3,6	0,143	101,05	0,01	2,6	0,283	99,72	0,01	-0,2	Analiz Edilemedi			
41	0,479	85	0,01	0,5	0,264	90	0,01	-0,7	0,055	85	0,01	-1,5	0,248	85	0,01	-0,7	0,035	85	0,01	-0,9
42	0,444	98,1	0,01	0,2	0,364	97	0,01	0,6	0,088	102,6	0,01	0,1	0,341	97,4	0,01	0,5	0,044	89,7	0,01	-0,1
43	0,453	95	0,01	0,3	0,273	95	0,01	-0,6	0,074	97	0,01	-0,6	0,27	98	0,01	-0,4	0,038	92	0,01	-0,6
44	0,367	77	0,01	-0,6	0,34	94	0,01	0,3	0,044	93	0,01	-2,0	0,339		0,01	0,5	0,029	77	0,01	-1,4
45	0,546		0,01	1,1	0,423		0,01	1,3	0,109		0,01	1,0	0,39		0,01	1,2	0,074		0,01	2,6
46	0,42		0,01	-0,1	0,27		0,01	-0,6	0,075		0,01	-0,5	0,38		0,01	1,1	0,05		0,01	0,5
47	0,462	97	0,01	0,3	0,302	96	0,01	-0,2	0,074	98	0,01	-0,6	0,268	102	0,01	-0,4	0,043	104	0,01	-0,1
48	0,462	105	0,01	0,3	0,328	101	0,01	0,1	0,095	103	0,01	0,4	0,305	93	0,01	0,1	0,045	80	0,01	0,0
49	0,467	110	0,01	0,4	0,289	87	0,01	-0,4	0,084	72	0,01	-0,1	0,255	102	0,01	-0,6	0,046	70	0,01	0,1
50	0,438	87,54	0,01	0,1	0,287	83,96	0,01	-0,4	0,093	94	0,01	0,3	0,252	91,36	0,01	-0,6	0,044	89,54	0,01	-0,1
51	0,39	88	0,01	-0,3	0,31	90	0,01	-0,1	0,085	92	0,01	-0,1	0,28	85	0,01	-0,3	0,04	86	0,01	-0,4
52	0,447	90,9	0,01	0,2	0,385	108,3	0,01	0,8	0,079	100,2	0,01	-0,4	0,333	89,1	0,01	0,4	0,029	112,8	0,01	-1,4
53	0,332	85	0,01	-0,9	0,256	84,36	0,01	-0,8	0,089	92	0,01	0,1	0,315	87	0,01	0,2	0,047	86	0,01	0,2
54	0,397	100	0,01	-0,3	0,319	99	0,01	0,0	0,083	98	0,01	-0,2	0,261	97	0,01	-0,5	0,03	102	0,01	-1,3
55	0,462	96	0,003	0,3	0,392	95,4	0,003	0,9	0,09	76	0,003	0,1	0,337	80	0,003	0,5	0,055	120	0,003	0,9
56	0,358	100,05	0,01	-0,6	0,229	99,53	0,01	-1,1	0,063	97,92	0,01	-1,1	0,237	99,29	0,01	-0,8	0,041	101	0,01	-0,3
57	0,36	98	0,01	-0,6	0,247	97	0,01	-0,9	0,07	98	0,01	-0,8	0,251	97	0,01	-0,7	0,039	96	0,01	-0,5
58	0,415	85	0,005	-0,1	0,375	86	0,005	0,7	0,091	89	0,005	0,2	0,321	81	0,005	0,3	0,045	87	0,005	0,0
59	0,41	92,52	0,01	-0,1	0,287	95	0,01	-0,4	0,079	90	0,01	-0,4	0,271	85	0,01	-0,4	0,037	94	0,01	-0,7

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

KOD	HCH-alpha				HCH-gamma (Lindane)				Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)				Terbutylazine			
	Atanmış Değer	0,084 mg/kg			Atanmış Değer	0,081 mg/kg			Atanmış Değer	0,068 mg/kg			Atanmış Değer	0,134 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
1	0,095	102	0,01	0,5	0,102	99	0,01	1,0	0,05	86	0,01	-1,1	0,076	87	0,01	-1,7
2	0,073	70-120	0,01	-0,5	0,098	70-120	0,01	0,8	0,087	70-120	0,01	1,1	0,154	70-120	0,01	0,6
3	0,101	94	0,01	0,8	0,093	92	0,01	0,6	0,08	91	0,01	0,7	0,139	90	0,01	0,2
4	0,077	87	0,01	-0,4	0,065	79	0,01	-0,8	0,078	103	0,01	0,6	0,127	85	0,01	-0,2
5	0,069	94	0,005	-0,7	0,073	94	0,005	-0,4	0,068	98	0,005	0,0	0,117	93	0,005	-0,5
6	0,092	93	0,01	0,4	0,118	106	0,01	1,8	0,079	97	0,01	0,6	0,138	90	0,01	0,1
7	0,091	96	0,01	0,3	0,089	96	0,01	0,4	0,061	90	0,01	-0,4				
8	0,075		0,01	-0,4	0,087		0,01	0,3	0,082		0,01	0,8				
9	0,098		0,01	0,6	0,08		0,01	-0,1	0,072		0,01	0,2	0,091		0,01	-1,3
10	0,072		0,01	-0,6	0,077		0,01	-0,2	0,06		0,01	-0,5	0,112		0,01	-0,7
11	0,05		0,01	-1,6	0,045		0,01	-1,8	0,056		0,01	-0,7	0,112		0,01	-0,7
12	Sonuç Göndermedi															
13	0,094	106,498	0,01	0,5	0,063	104,726	0,01	-0,9	0,077	97,031	0,01	0,5	0,143	92,226	0,01	0,3
14	Analiz Edilemedi				Analiz Edilemedi				Analiz Edilemedi				0,162	90	0,01	0,8
15	0,096	50	0,001	0,5	0,078	50	0,001	-0,2	0,076	50	0,001	0,4	0,135	50	0,001	0,0
16	0,052	98	0,01	-1,5	0,057	97	0,01	-1,2	0,033	93	0,01	<b>-2,1</b>	0,082	93	0,01	-1,5
17	0,096	88	0,01	0,5	0,084	102	0,01	0,1	0,077	106	0,01	0,5	0,122	94	0,01	-0,4
18	0,066		0,005	-0,9	0,064		0,005	-0,8	0,062		0,005	-0,4	0,125		0,005	-0,3
19	0,071	87	0,01	-0,6	0,074	85	0,01	-0,4	0,063	100	0,01	-0,3	0,12	100	0,01	-0,4

UGRL YT Raporu-PES015

AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES015
11-21

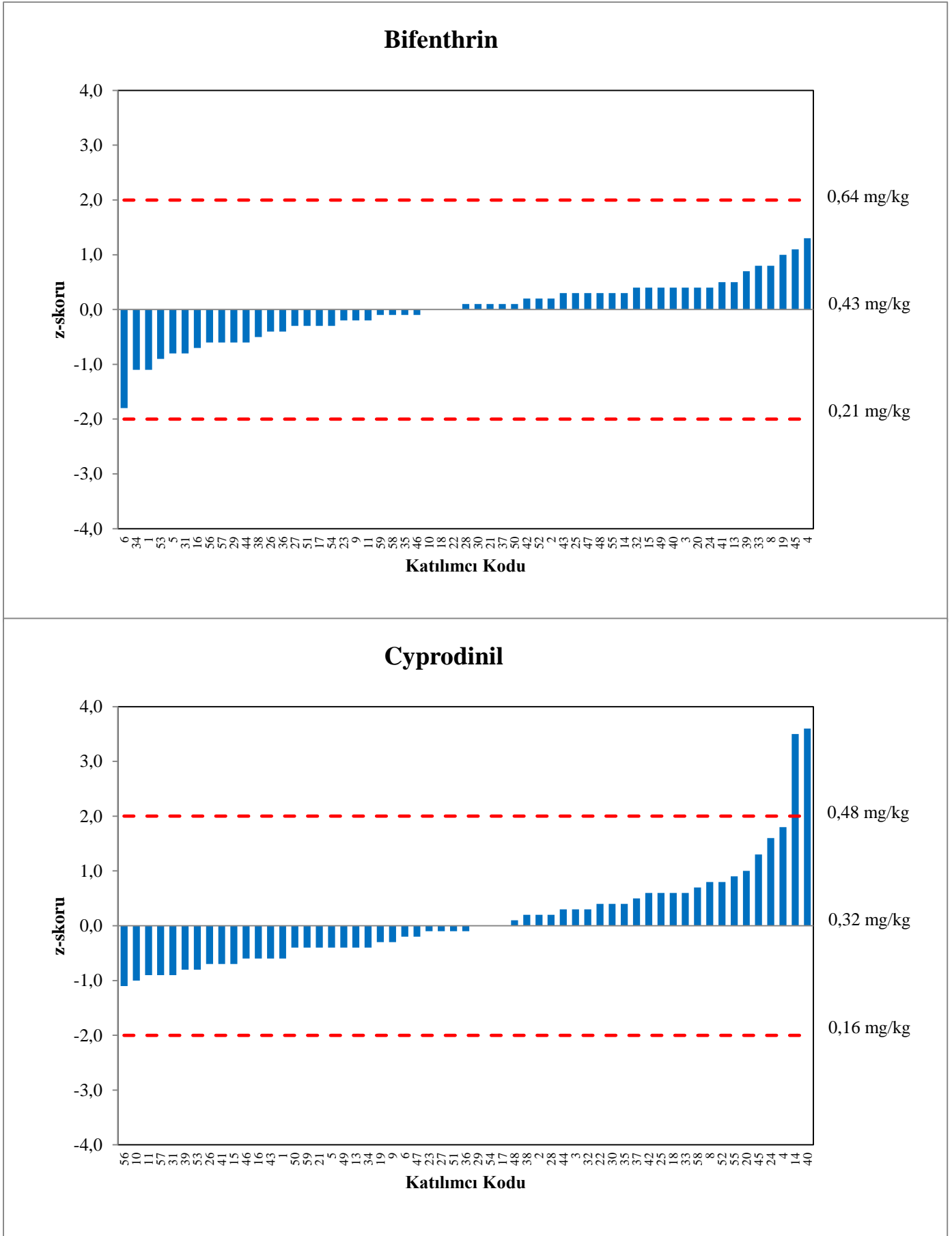
KOD	HCH-alpha				HCH-gamma (Lindane)				Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)				Terbutylazine			
	Atanmış Değer	0,084 mg/kg			Atanmış Değer	0,081 mg/kg			Atanmış Değer	0,068 mg/kg			Atanmış Değer	0,134 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
20	0,076	98	0,01	-0,4	0,082	98	0,01	0,0	0,059	99	0,01	-0,6	0,135	78	0,01	0,0
21	0,095	84	0,01	0,5	0,094	98	0,01	0,6	0,085	98	0,01	1,0	0,117	95	0,01	-0,5
22	0,083	85	0,01	-0,1	0,079	76	0,01	-0,1	0,06	84	0,01	-0,5	0,133	90	0,01	0,0
23	0,081	104	0,01	-0,2	0,066	105	0,01	-0,7	0,056	105	0,01	-0,7	0,115	109	0,01	-0,6
24	0,153	104	0,001	3,2	0,116	102	0,001	1,7	0,081		0,001	0,7	0,203	104	0,001	2,1
25	0,112	98	0,01	1,3	0,102	91	0,01	1,0	0,081	84	0,01	0,7	0,173	104	0,01	1,2
26	0,067	87	0,01	-0,8	0,073	91	0,01	-0,4	0,067	89	0,01	-0,1	0,106	88	0,01	-0,8
27	0,064		0,01	-1,0	0,06		0,01	-1,0	0,067		0,01	-0,1	0,13		0,01	-0,1
28	0,076	117	0,01	-0,4	0,064	113	0,01	-0,8	0,06	112	0,01	-0,5	0,127	81,66	0,01	-0,2
29	0,095	92	0,01	0,5	0,08	94	0,01	-0,1	0,062	94	0,01	-0,4	0,126	96	0,01	-0,2
30	0,085	86	0,01	0,0	0,08	80	0,01	-0,1	0,061	79	0,01	-0,4	0,135	88	0,01	0,0
31	0,058	107	0,01	-1,3	0,101	112	0,01	1,0	0,065	96	0,01	-0,2	0,141	88	0,01	0,2
32	0,102	97	0,005	0,8	0,092	99	0,005	0,5	0,083	100	0,005	0,8	0,14	95	0,005	0,2
33	0,133	92	0,01	2,3	0,125	83	0,01	2,2	0,084	88	0,01	0,9	0,159	109	0,01	0,8
34	0,059	90	0,01	-1,2	0,04	94	0,01	-2,0	0,024	84	0,01	-2,6	0,146	97	0,01	0,4
35	0,074		0,005	-0,5	0,069		0,005	-0,6	0,054		0,005	-0,8	0,125		0,005	-0,3
36	0,094	99	0,01	0,5	0,079	98	0,01	-0,1	0,059	97	0,01	-0,6	0,121	98	0,01	-0,4
37	0,108	96	0,01	1,1	0,097	95	0,01	0,8	0,079	94	0,01	0,6	0,139	99	0,01	0,2
38	0,086	96	0,01	0,1	0,082	106	0,01	0,0	0,071	82	0,01	0,1	0,122	114	0,01	-0,4
39	0,092	96	0,005	0,4	0,069	96	0,005	-0,6	0,082	94	0,005	0,8	0,108	96	0,01	-0,8

UGRL YT Raporu-PES015

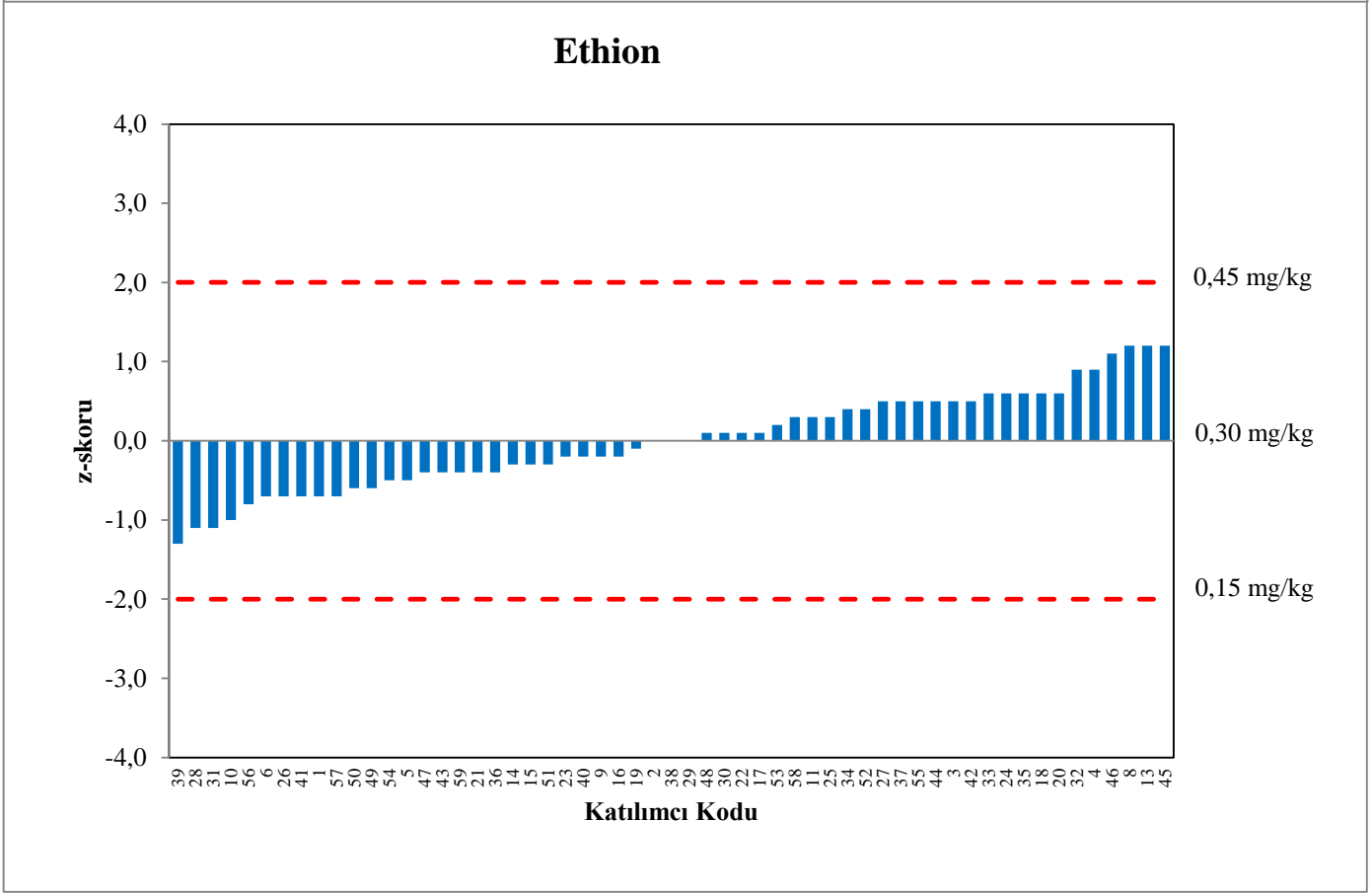
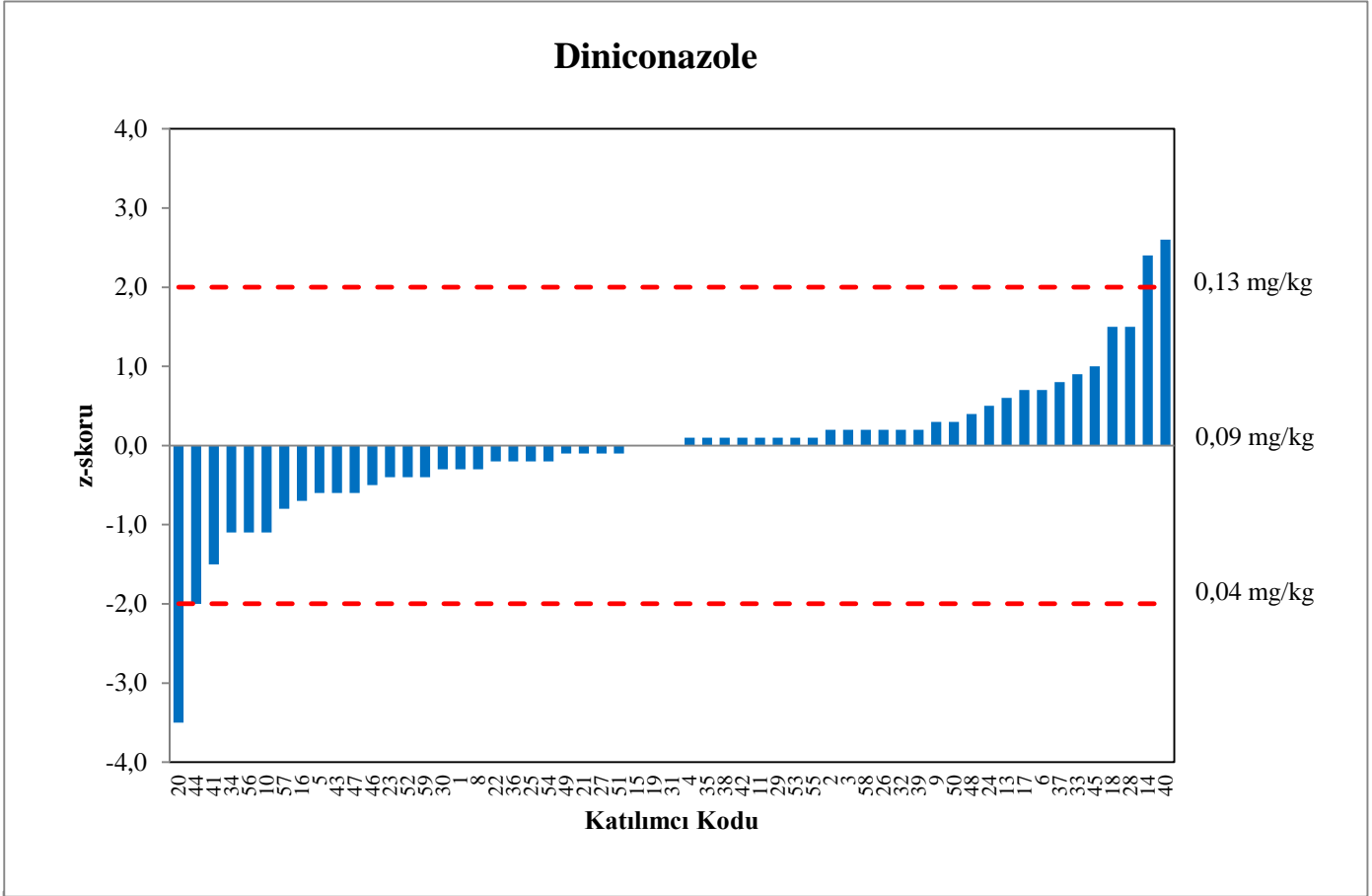
AB-0015-YT
UGRL YT Raporu PES015
11-21

KOD	HCH-alpha				HCH-gamma (Lindane)				Heptachlor-exo-epoxide (izomer B)				Terbutylazine			
	Atanmış Değer	0,084 mg/kg			Atanmış Değer	0,081 mg/kg			Atanmış Değer	0,068 mg/kg			Atanmış Değer	0,134 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
40	Analiz Edilemedi				Analiz Edilemedi				Analiz Edilemedi				0,177	100	0,01	1,3
41	0,076	85	0,01	-0,4	0,079	85	0,01	-0,1	0,062	90	0,01	-0,4	0,241	90	0,01	3,2
42					0,111	103	0,01	1,5	0,077	99	0,01	0,5	0,166	97,6	0,01	1,0
43	0,059	97	0,01	-1,2	0,052	98	0,01	-1,4	0,064	95	0,01	-0,3	0,137	103	0,01	0,1
44	0,095	99	0,01	0,5	0,084	97	0,01	0,1	0,065	101	0,01	-0,2	0,126	98	0,01	-0,2
45	0,079		0,01	-0,3	0,076		0,01	-0,3	0,094		0,01	1,5			0,01	
46	0,1		0,01	0,7	0,091		0,01	0,5	0,074		0,01	0,3	0,161		0,01	0,8
47	0,092	97	0,01	0,4	0,079	98	0,01	-0,1	0,072	96	0,01	0,2	0,114	96	0,01	-0,6
48	0,109	101	0,01	1,2	0,09	95	0,01	0,4	0,078	95	0,01	0,6	0,145	101	0,01	0,3
49	0,087	92	0,01	0,1	0,061	93	0,01	-1,0	0,064	88	0,01	-0,3	0,164	87	0,01	0,9
50	0,121	98,53	0,01	1,7	0,121	97,18	0,01	2,0	0,088	97	0,01	1,1	0,129	83,86	0,01	-0,1
51	0,09	90	0,01	0,3	0,08	92	0,01	-0,1	0,06	94	0,01	-0,5	0,11	84	0,01	-0,7
52	0,069	106,5	0,01	-0,7	0,06	101,7	0,01	-1,0	0,052	100,2	0,01	-1,0	0,156	108,5	0,01	0,7
53	0,08	89	0,01	-0,2	0,121	87	0,01	2,0	0,056	83	0,01	-0,7	0,131	85	0,01	-0,1
54	0,094	95	0,01	0,5	0,075	96	0,01	-0,3	0,065	98	0,01	-0,2	0,128	100	0,01	-0,2
55	0,094	91	0,003	0,5	0,108	97	0,003	1,3	0,08	89	0,003	0,7	0,157	114	0,003	0,7
56	0,059	92,1	0,01	-1,2	0,06	92,92	0,01	-1,0	0,061	92,87	0,01	-0,4	0,134	101,28	0,01	0,0
57	0,039	98	0,01	-2,2	0,058	99	0,01	-1,1	0,059	97	0,01	-0,6	0,12	97	0,01	-0,4
58	0,099	82	0,005	0,7	0,1	83	0,005	0,9	0,077	86	0,001	0,5	0,166	88	0,005	1,0
59	0,085	92	0,01	0,0	0,078	89	0,01	-0,2	0,051	96	0,01	-1,0	0,117	87	0,01	-0,5

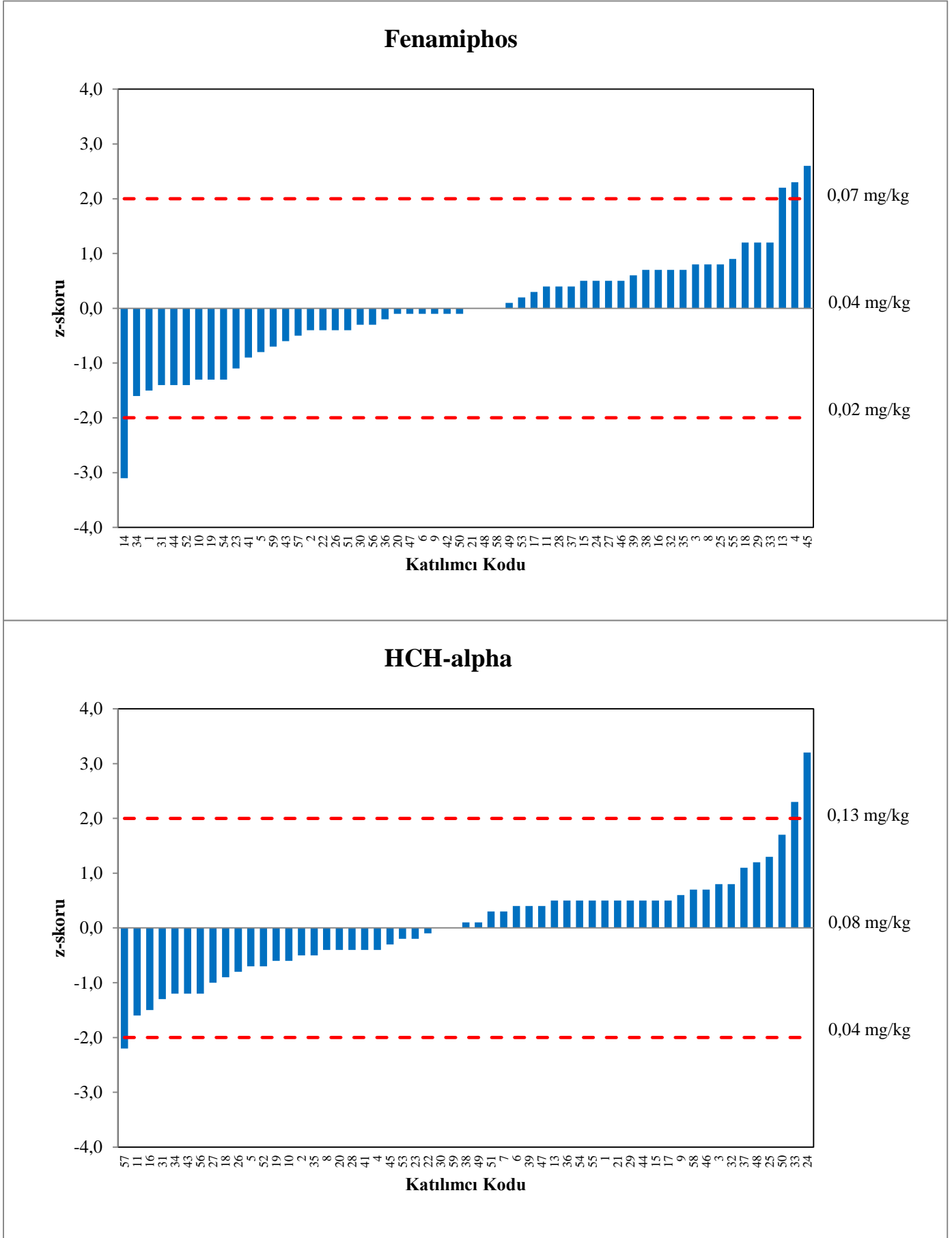




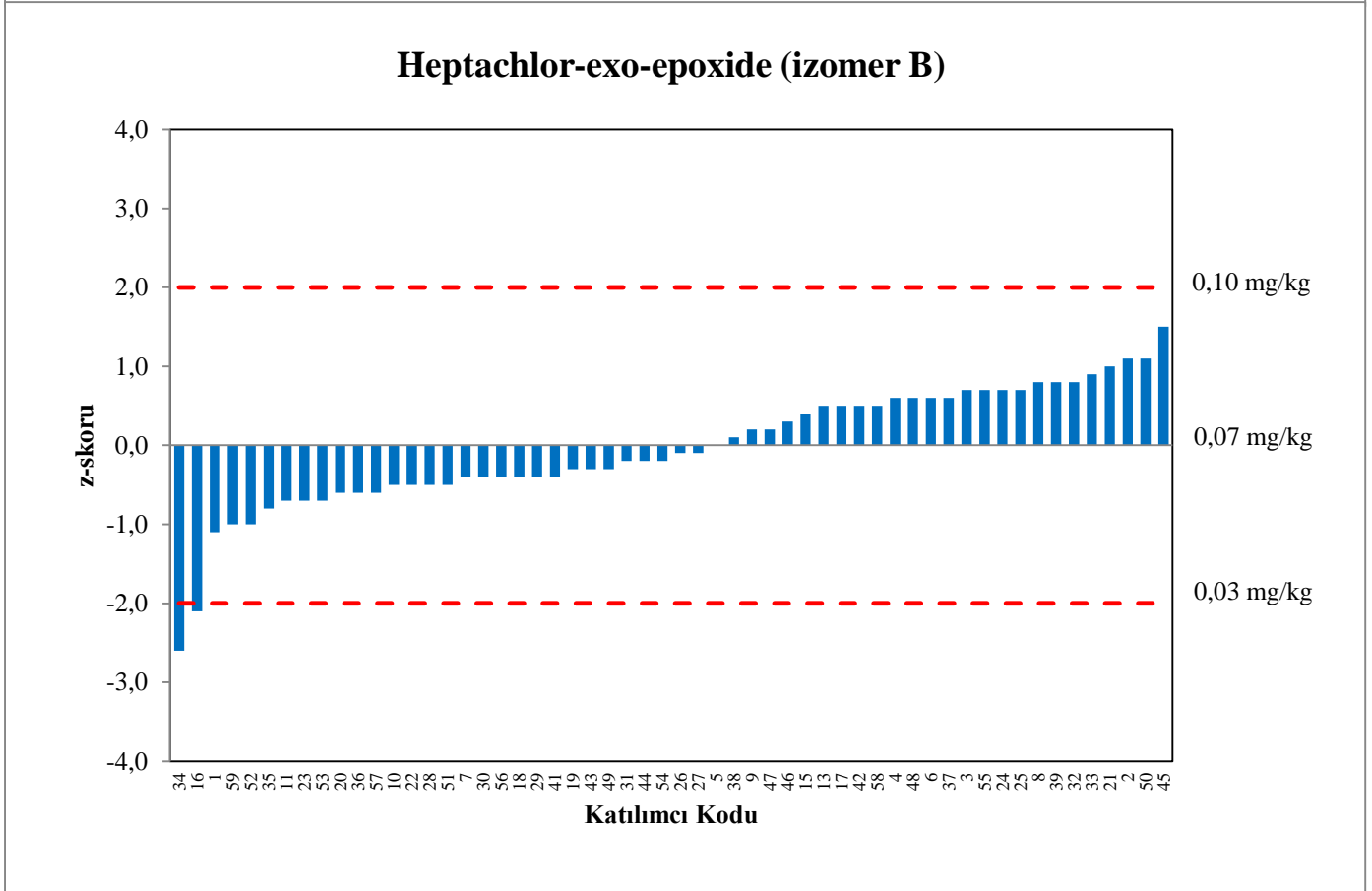
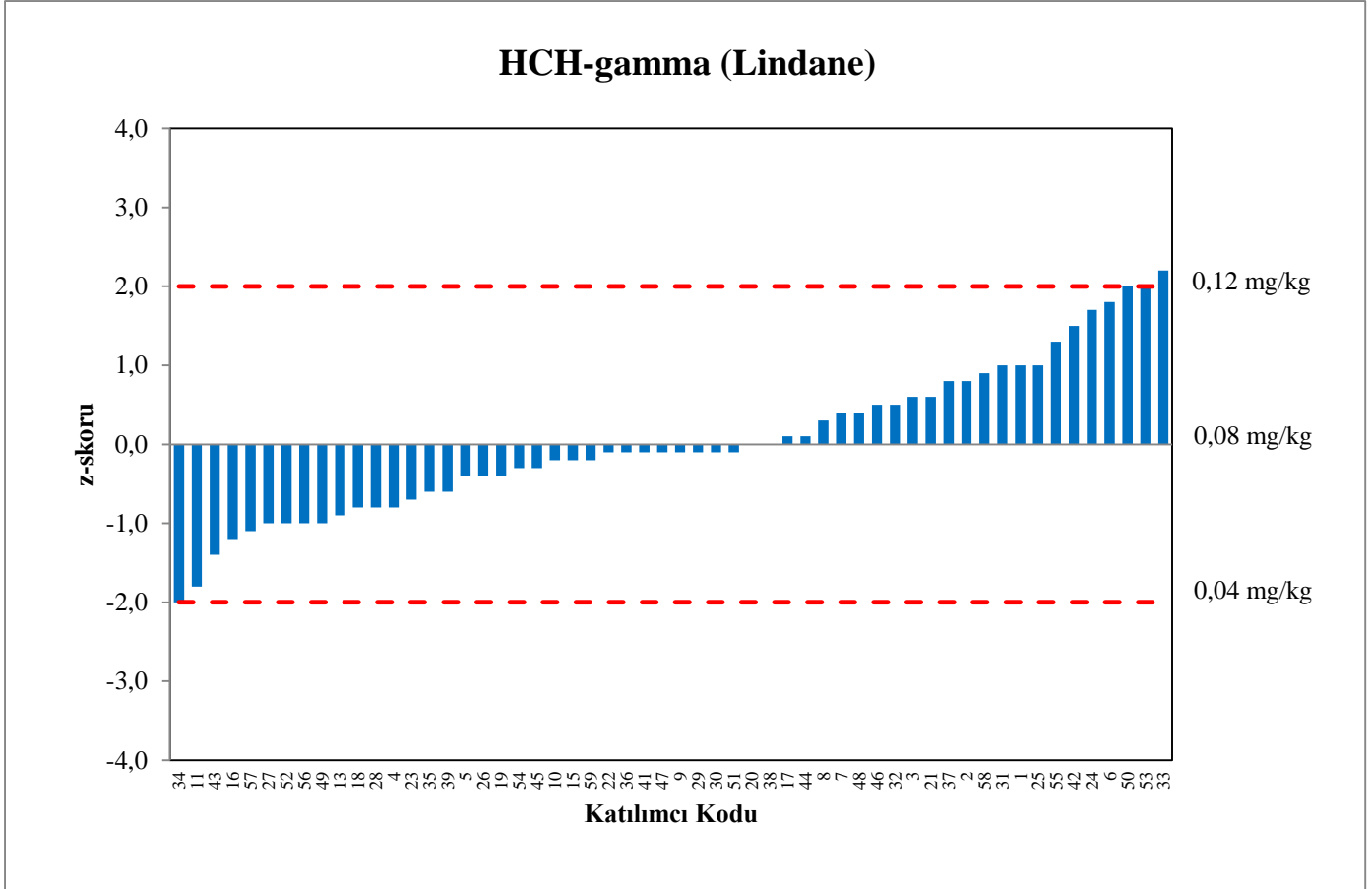
Şekil 1. z-Skorları Histogramı (Bifenthrin, Cyprodinil)



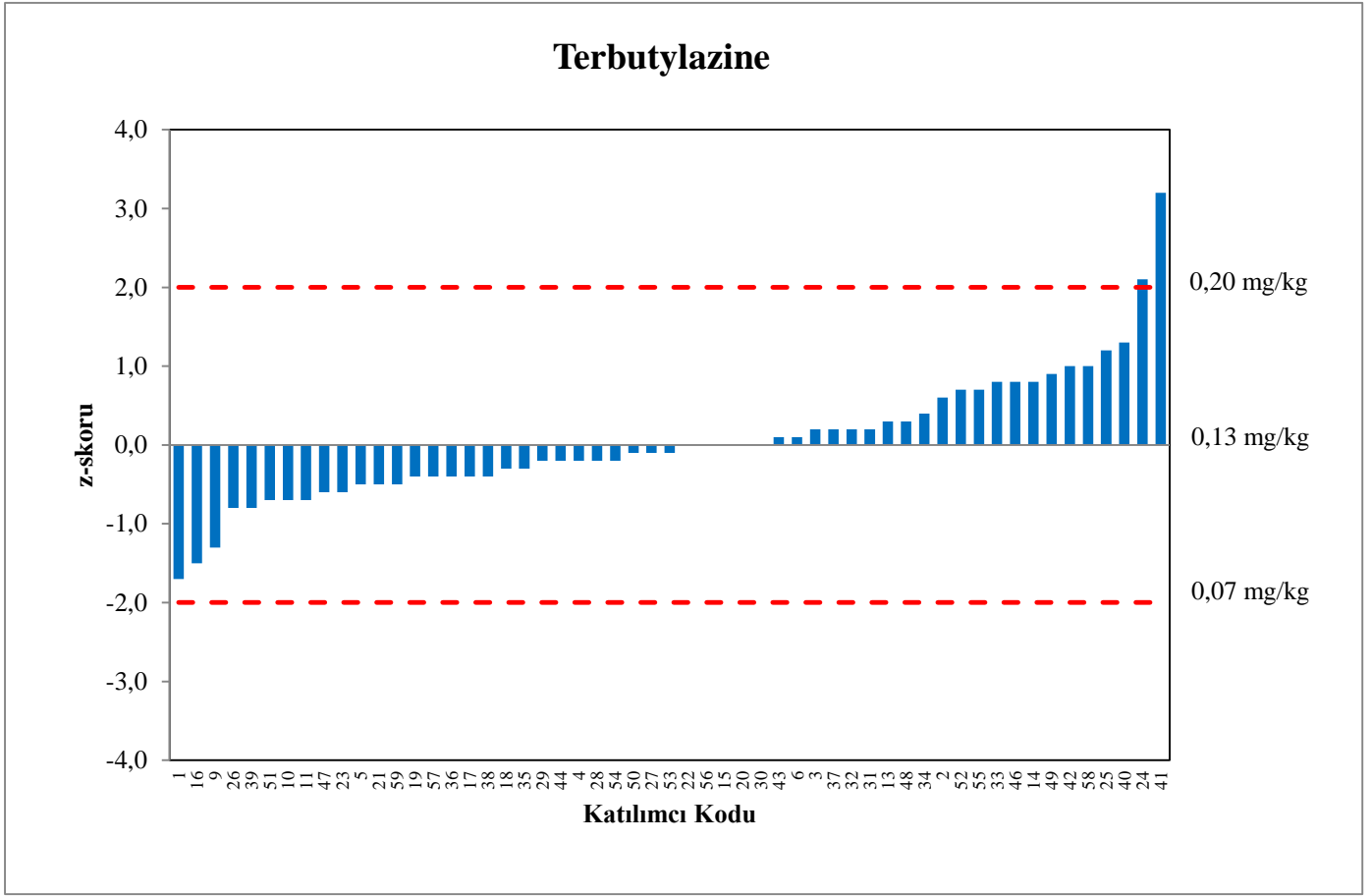
Şekil 2. z-Skorları Histogramı (Diniconazole, Ethion)



Şekil 3. z-Skorları Histogramı (Fenamiphos, HCH-alpha)



Şekil 4. z-Skorları Histogramı (HCH-gamma (Lindane), Heptachlor-exo-epoxide (izomer B))



Şekil 5. z-Skorları Histogramı (Terbutylazine)

Tablo 8. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
02	Fenomiphos Sulfoxide etken maddesi 0,120 mg/kg olarak tespit edilmiştir.
03	Numune içerisinde, Fenamiphos-sulfoxide 0,070 mg/kg olarak tespit edilmiştir.
04	PES015 Hedef listede olmamasına rağmen test örneğinde 0.21 mg/kg seviyesinde Fenamiphos sulfoxide tespit edilmiştir.
06	Blank ve test numunesi beraber çalışılmıştır. Blank ve Test numunesinde çıkan aynı etken maddeler raporlanmamıştır.
07	Resmi yazı ile LC-MS/MS cihazımızı arızalı olduğu tarafınıza ve GKGM'ye bildirilmiştir. LC-MS/MS cihazımız arızalı olduğu için yeterlilik testinde sadece GC-MS parametreleri analiz edilmiştir. Katılımcı No: 07
16	Fenamiphos Sülfoxide sonuç: 0,073 ppm olarak tespit edilmiştir.
20	Hedef listede bulunmayan Fenamiphos Sulfoxide etken maddesi tespit edilmiştir. Sonuç 0.275 mg/kg dir.

24	FENAMİPHOS SULFOXİDE Tespit edildi. Tespit edilen miktar 0,058 mg/kg geri kazanım değeri %108 LOQ 0,01.
26	Test numunesinde 0,071 mg/kg fenamiphos sulfoxide tespit edilmiştir.
31	Fenamiphos Sulfoxide hedef listede olmadığından sonuç girilmemiştir.0,097 mg/kg değerinde tespit edilmiştir.Geri kazanım %83'tür.
32	Pes 0015 Armut püresi numunesinde Fenamiphos-sulfoxide de tespit edilmiştir. Fenamiphos-sulfoxide: 0,067 mg/kg olarak tespit edilmiştir.
49	Fenamiphos Sulfoxide Sonuç (mg/kg): 0,056 Geri Kazanım (%): 86 LOQ (mg/kg): 0,010 Cihaz ve Teknik: LC-MS/MS
52	PES-15 Armut püresi yeterlilik testinde hedef listede yer almayan Fenamiphos Sulfoxide tespit edilmiştir.
56	Yukarıdaki analiz sonuç bildirim formunda belirttiğimiz sonuçlardan başka; FENAMİPHOS SULFOXİDE etken maddesi 0,057 mg/kg değerinde bulunmuştur. Ayrıca Cihaz kısmında geçen cihazlar içinde en yakın Q-OrbiTrap-MS olduğu için bu cihaz seçildi. Bizde mevcut olarak Q-OrbiTrap-LC-MS cihazı vardır.

\*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

“PES015-Analiz Sonuç Bildirim Formu” ile birlikte gönderilen metot bilgileri katılımcıların beyanları doğrultusunda Tablo 9’de sunulmaktadır.

**Tablo 9.** Katılımcı Metot Bilgileri

Kullanılan Metodun Kaynağı	Laboratuvar Kodu
AOAC 2007.01	01 02 04 05 08 09 10 11 13 14 15 16 18 20 21 22 24 25 26 27 28 29 30 31 33 34 37 38 39 40 41 43 44 45 46 47 49 50 53 55 56 57 59
AOAC 2007.01 (Modifiye)	17 19 58
TS EN 15662	03 32 35 36 48 51 52 54
TS EN 15662 (Modifiye)	07 42
Seçiniz	06 23
Kullanılan Metot Akredite mi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 05 07 08 09 11 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 25 27 28 29 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59
Hayır	10 24 26 30 31 47
Seçiniz	06 23

## 7. GÖZLEMLER

PES015 Armut Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testine katılan 59 katılımcının, 58 tanesi sonuç bildirmiştir. Bildirilen sonuçlardan hesaplanan z-skorları % 97 oranında başarılıdır ( $|z| \leq 2$ ).

PES015 Armut Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testine katılan 59 katılımcının 2 tanesi test materyali içinde olan 2 analiti tespit edemeyip “Tespit edilemedi” şeklinde yanlış negatif sonuç vermişlerdir. Yine 59 katılımcının 3 tanesi test materyali içinde yer almayan 3 analiti tespit ederek yanlış pozitif sonuç vermişlerdir.

**Tablo 10.** Yanlış negatif sonuç veren katılımcılar

Analit	Lab Kodu
Diniconazole	20
Fenamiphos	14

**Tablo 11.** Yanlış pozitif sonuç veren katılımcılar

Analit	Lab Kodu
Difenoconazole	20
Propazine	14
	40

## 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 TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev. No:11 -15.05.2021